

RESUMEN

Las aleaciones de Fe-Al forman intermetálicos que son una rama de las aleaciones que consiste en dos o mas metales, como por ejemplo $\text{Fe}_2\text{-Al}_5$. Los materiales intermetálicos son fases o compuestos con relaciones atómicas bien definidas con un intervalo muy limitado de composiciones posibles. Poseen una estructura cristalográfica con orden de largo alcance que puede mantenerse hasta la temperatura de fusión o puede desordenarse a una temperatura característica más baja. Esta estructura ordenada hace que los coeficientes de autodifusión sean menores que en una aleación desordenada.

Las aleaciones de Fe-Al son especialmente interesantes en aplicaciones en diversos campos como el mundo de la automoción y la aeronáutica en sus elementos estructurales y han sido estudiados desde los años treinta debido a sus múltiples ventajas.

Una de las principales ventajas es su bajo coste, debido a la abundancia en la corteza terrestre del hierro y el aluminio, siendo su principal obstáculo la tecnología necesaria para procesarlos.

Entre las ventajas de los materiales formados por aleaciones de Fe-Al encontramos que tienen alta resistencia mecánica a elevada temperatura, alta resistencia a la corrosión y oxidación y bajo peso específico comparado con otros metales. Entre sus desventajas encontramos una baja ductilidad.

Una manera de mejorar la ductilidad de estas aleaciones es obteniendo un tamaño de grano fino del orden de nanómetros. Una manera de obtener éstas microestructuras es obtener polvos muy finos de estos materiales que pueden ser producidos mediante molienda mecánica, formando una mezcla homogénea de polvo.

Este es el objetivo del presente estudio, llegar a procesar por técnicas pulvimetalúrgicas, mediante molienda mecánica un intermetálico de Fe-Al para futuras aplicaciones industriales.



SUMARIO

RESUMEN	1
1. PREFACIO	5
2. INTRODUCCION	7
3. PRINCIPIOS DE LA METALURGIA DE POLVOS	9
3.1. Propiedades de los polvos metálicos	9
3.2. Fabricación de los polvos metálicos.....	10
3.3. Compresión de los polvos metálicos.....	11
3.4. Sinterización	12
3.5. Mezclado de polvo.....	12
3.6. Proceso de aleado mecánico	13
3.7 Morfología de la partícula y evolución microestructural	13
3.8. Factores que influyen en la contaminación de polvos	15
4. EQUIPOS USADOS PARA FABRICAR ALEADOS MECÁNICOS	17
4.1. Descripción general de los equipos	17
4.2. Molino de bolas horizontal convencional.....	17
4.3 Molino atricionador	18
4.4 Molino vibratorio	19
4.6 Molino de bolas planetario.....	20
5. DESCRIPCION DE LOS ELEMENTOS DE LOS INTERMETÁLICOS DE FE-AL	23
5.1. Descripción del hierro	23
5.2. Descripción del aluminio.....	24
5.3. Características generales de los intermetálicos de Fe-Al	26
6. METODO EXPERIMENTAL	31
6.1 Molino para polvo	31
6.2. Botes y bolas de molienda	32
6.3 Condiciones de molienda	33
7. CARACTERIZACIÓN DEL POLVO DE ORIGEN	35
7.1. Propiedades de los polvos	35



8. MOLIENDA DE POLVO DE FE-AL	43
8.1 Estequiometría polvo de Fe y Al	43
8.2. Molienda.....	44
8.3. Microdureza del polvo Fe-Al	47
8.4. Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)	55
8.5. Difracción de Rayos -X	61
8.6. Producción de polvo Fe-Al.....	71
9. PRODUCCIÓN DE PROBETAS FE-AL	73
9.1 Máquina de compactación	73
9.2. Probetas Fe-Al	74
9.3. Compactación en frío	75
9.5 Sinterizado	76
10. CARACTERIZACIÓN DE LAS MUESTRAS	77
10.1. Difracción de Rayos - X para las muestras sinterizadas	77
10.2. Porosidad de las probetas sinterizadas.....	82
10.3. Dureza de las probetas sinterizadas.....	84
CONCLUSIONES	85
AGRADECIMIENTOS	87
BIBLIOGRAFÍA	89
Referencias bibliográficas	89
Bibliografía complementaria	91
ANEXOS	93



1. PREFACIO

El presente Proyecto Final de Carrera ha sido realizado en el Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica.

El principal motivo por el cual se ha escogido como tema del proyecto las aleaciones intermetálicas de hierro y aluminio, ha sido en base a la propuesta realizada por el mismo departamento y el interés que despierta el procesamiento por técnicas pulvimetalúrgicas de estas aleaciones.

La decisión final sobre el tema del proyecto se ha tomado en base a que la propuesta del grupo de investigación de Tecnología Metalúrgica combinaba una parte teórica de conocimientos previos, con una parte práctica en el laboratorio, además de ser un trabajo de investigación.

No existían con anterioridad estudios con intermetálicos Fe-Al en el Departamento de la Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, pero sí se habían realizado trabajos con polvos metálicos de hierro.

Otro punto de partida han sido los numerosos artículos científicos, publicados por revistas científicas de reconocido prestigio, puestos a disposición del proyecto, que han supuesto una gran ayuda.

Hay que destacar el enorme interés que están despertando los procesos de aleación mecánica en los últimos años como es el caso de las aleaciones mecánicas de Fe-Al.

La aleación mecánica se ha vuelto un campo mundial en la investigación y publicación de artículos en los últimos años que abarca la producción de un gran número de materiales como aleaciones ODS, fases amorfas, cuasicristales, compuestos intermetálicos y nanocristales.



2. INTRODUCCION

Actualmente la investigación y el desarrollo de los materiales intermetálicos para aplicaciones estructurales se han visto favorecidas por las demandas de la industria aeroespacial, de materiales alternativos a las superaleaciones con el objetivo de desarrollar materiales más ligeros, más resistentes y con una temperatura de trabajo superior. Estados Unidos y Japón son los países que más activamente han trabajado en la investigación y desarrollo de este tipo de materiales siendo la actividad en Europa comparativamente muy baja.

Estos datos dan a entender que podemos estar delante de una oportunidad de mercado Europeo abierta futuras aplicaciones para este tipo de aleaciones. En la actualidad esta tecnología podría usarse para proyectos del mundo del automóvil, al ser España uno de los mayores productores mundiales o para formar parte de proyectos aeronáuticos europeos como el AIRBUS A-380 en el que diferentes empresas españolas ya han participado del proyecto.

El objetivo del presente proyecto es poder procesar por técnicas pulvimetalúrgicas, mediante molienda mecánica, un intermetálico de $\text{Fe}_2\text{-Al}_5$ siendo los puntos más relevantes:

- Definir un proceso de fabricación capaz de producir un intermetálico de $\text{Fe}_2\text{-Al}_5$ para ser compactado y sinterizado.
- Caracterizar los productos obtenidos a partir de la aleación mecánica en frío utilizando las técnicas de Difracción de Rayos X (DRX) y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).
- Obtener un componente sólido mediante prensado uniaxial y sinterizado, optimizando las variables del proceso para lograr un grado aceptable de densificación.

El alcance del proyecto se inicia desde la adquisición del polvo metálico de Fe y Al, hasta la fabricación de cuerpos sólidos de un intermetálico de Fe-Al.

La obtención del polvo metálico mediante técnicas pulvimetalúrgicas u otros posibles métodos de mezclado que no sean la molienda mecánica, sólo son tenidos en cuenta como información complementaria para poder realizar un estudio con una visión más amplia del proceso general de obtención de mezclas Fe-Al, pero no son estudiados por considerarlos fuera del alcance del proyecto.



3. PRINCIPIOS DE LA METALURGIA DE POLVOS

3.1. Propiedades de los polvos metálicos

La metalurgia de polvos o pulvimetalurgia trata de la conformación de los metales y aleaciones reducidos a polvo.

La fabricación de objetos partiendo de polvos metálicos es muy antigua, pero ha sido sólo desde hace pocos años cuando este procedimiento se ha desarrollado para la fabricación de piezas perfectamente adecuadas a su proceso.

Para poder prever las características que tendrán las piezas fabricadas partiendo de polvos metálicos deben conocerse lo mejor posible las propiedades de éstos, a saber;

- Composición química:

Interesa sobre todo la naturaleza y estado físico de las impurezas presentes.

- Dimensiones de las partículas:

Tiene gran importancia y se determina haciendo pasar el polvo por tamices y hallando las proporciones que pasan por cada tamiz.

- Forma de las partículas:

Puede determinarse por un examen microscópico, ya que la aptitud para aglomerarse varía si las partículas son esféricas, lenticulares, poliédricas, dendríticas, laminares y monocristalinas o policristalinas. También deben tenerse en cuenta por la gran superficie que presenta una masa de metal en forma polvorienta.

- Densidad aparente:

La densidad aparente es la masa de polvo que llena un cm^3 y es necesaria conocerla para prever la cabida de la matriz de compresión.

- Fluidéz:

La fluidez o facilidad para llenar por gravedad los moldes es otra propiedad que hay que tener en cuenta para calcular la velocidad de fabricación de las piezas.



- Contracción:

Es necesario conocer la contracción que experimentarán las piezas en el compactado.

La metalurgia de polvos comprende tres operaciones fundamentales:

1. Fabricación de los polvos metálicos.
2. Compresión en frío de los polvos metálicos.
3. Sinterizado.

Las dos últimas operaciones se realizan a veces simultáneamente, denominándose entonces la operación, sinterización a presión o compresión en caliente.

3.2. Fabricación de los polvos metálicos

La primera operación en la metalurgia de polvos es la producción de los polvos del material elegido y de las características adecuadas a este proceso. Los procesos actualmente empleados para la producción de polvos metálicos son:

- Atomización:

Es el método más empleado a nivel industrial. El metal fundido es fragmentado en gotas que solidifican rápidamente. La atomización puede efectuarse por medio de una corriente de líquido o de un gas inerte a alta velocidad que impacta sobre el metal. A mayor velocidad, menor tamaño de partículas. Seguidamente las partículas son recocidas en una atmósfera reductora para reblandecerlas y eliminar cualquier óxido residual. El polvo atomizado en agua tiene generalmente una estructura irregular. Sin embargo, si la presión es adecuada, pueden obtenerse partículas de forma esférica. Algunas de las aplicaciones de esta técnica son la producción de hierro atomizado para la fabricación de aceros, cobre atomizado como aleante de aceros y para infiltración, y estaño atomizado para la fabricación de cojinetes de bronce.

- Procedimientos mecánicos:

Entre los procedimientos mecánicos más empleados para la fabricación de polvos se encuentra el molino de bolas.

El molino puede ser utilizando empleando bolas de material duro, donde al girar el molino las bolas son las encargadas mediante el choque, de romper el material y producir polvo.



- Procedimientos físico químicos:

Los procedimientos físico químicos para la fabricación de polvos metálicos comprende varios métodos, reducción de óxidos, electrólisis, descomposición térmica, condensación y corrosión intercrystalina.

Con el método de reducción de óxidos, se producen primero los polvos de los óxidos de los metales. Después se reducen los óxidos a temperaturas inferiores a la de fusión del metal con un reductor, como el hidrógeno o monóxido de carbono.

El procedimiento electrolítico se realiza obteniendo un depósito esponjoso por medio de fuertes densidades de corrientes, temperaturas elevadas del baño o adición de coloides. Posteriormente se muele el depósito obtenido muy fácilmente.

La descomposición térmica de los carbonilos obtenidos haciendo pasar óxido de carbono sobre un metal esponjoso a la presión y a la temperatura adecuada, produce polvos muy puros, esféricos y de gran finura.

La condensación de los metales puestos en estado de vapor, da polvos muy finos, de forma esférica, cuyo óxido superficial impide su coalescencia en su enfriamiento.

La corrosión intercrystalina se emplea con los aceros austeníticos del tipo 18-8 cargados voluntariamente de carbono para que la temperatura de recocido de 500 °C a 750 °C se produzca una importante precipitación de carburos en los bordes de los granos. Después se ataca el acero con una solución de sulfato de cobre y ácido sulfúrico que disuelve los carburos formados entre los granos. Posteriormente se elimina el cobre depositado sobre los bordes de grano, con un lavado de ácido nítrico.

3.3. Compresión de los polvos metálicos

La compresión en frío de los polvos metálicos se realiza en matrices de acero templado o de carburo de wolframio por medio de prensas hidráulicas o mecánicas. Las presiones utilizadas varían según la plasticidad del material a moldear y la densidad del producto que se desea obtener.

La compresión produce una especie de soldadura en frío de los granos de polvo puesto en contacto íntimo hasta llegar a establecer ligaciones atómicas entre los átomos superficiales. En general no es necesario la adición de ningún plastificante, salvo para los polvos muy duros de los carburos metálicos aunque sí se le añade lubricante.



Para obtener productos muy compactos, se puede combinar en una sola operación denominada compresión en caliente, la compresión en frío y la sinterización posterior. Para esto el polvo metálico se comprime en una matriz de acero refractario, que es calentado por el efecto Joule y simultáneamente comprimida.

3.4. Sinterización

Esta operación consiste en calentar las piezas preformadas por compresión hasta lograr una soldadura total de la masa.

La temperatura de sinterización debe ser lo suficientemente alta para que el aumento de movilidad de los átomos superficiales de cada partícula produzca un aumento de sus superficies de contacto, hasta conseguir una recristalización total que haga desaparecer los límites de cada partícula y queden englobadas en una masa total. Esta temperatura sin embargo, no ha de llegar nunca a la de fusión del metal.

Cuando se trata de sinterizar mezclas de polvos de diferentes metales con distintas temperaturas de fusión, la temperatura de sinterización puede ser superior a la de fusión de algún metal, lo que acelera la difusión de los componentes y permite obtener verdaderas aleaciones de características físicas y mecánicas muy parecidas a las aleaciones masivas correspondientes.

La duración de la sinterización depende de la temperatura a la que se lleve a cabo, pudiendo ser más corta cuando más cerca esté del punto de fusión. Estos tiempos no deben ser muy largos para evitar el crecimiento de los granos.

El tipo de hornos más empleados es el continuo, con atmósferas controladas para impedir la oxidación de los polvos. En los hornos de sinterización pueden distinguirse tres zonas, calentamiento inicial, sinterizado y enfriamiento.

3.5. Mezclado de polvo

Para obtener una mezcla de polvo óptima es necesario un reparto homogéneo del polvo, lubricantes orgánicos y aglutinantes, los cuales constituirán el cuerpo verde. La calidad de la mezcla es de vital importancia, ya que los defectos del mezclado no podrán ser corregidos en los siguientes procesos.

La primera operación en el proceso de mezclado consiste en introducir las proporciones necesarias de cada tipo de polvo en los mezcladores. Parámetros como el tiempo, granulometría o tamaño de partícula son fundamentales para el resultado final.



3.6. Proceso de aleado mecánico

Para el entendimiento del proceso de aleado mecánico hay que entender el mecanismo capaz de optimizar y controlar el proceso de molienda. El problema incluye:

- La dinámica del medio de molienda.
- Cómo la morfología y la microestructura de las partículas de polvo cambian durante la molienda.
- Qué factores afectan al proceso de molienda y su resultado final.
- Cómo explicar la formación de la fase, tal como materiales cristalinos a amorfos o intermetálicos a nonocristalinos en este proceso especial.

El primer problema es fundamental para entender el proceso de molienda y se ha tratado en secciones siguientes. Los tres problemas siguientes son establecidos para el entendimiento de la dinámica a continuación.

3.7 Morfología de la partícula y evolución microestructural

Para entender el fenómeno de aleación mecánica entre el Fe y el Al se pueden dividir en diferentes etapas el fenómeno de la aleación mecánica [4, 5].

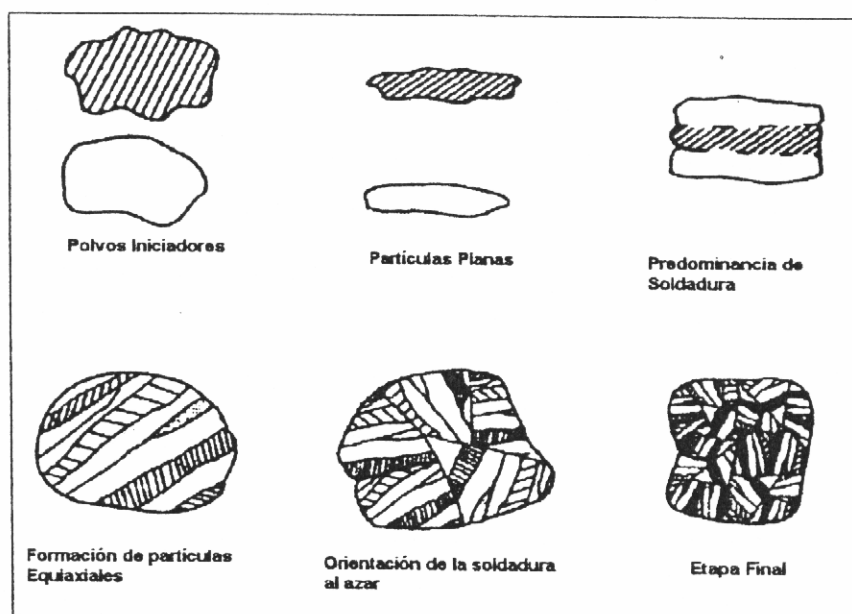


Fig. 3.1. Etapas de la aleación mecánica.



1. Periodo inicial

La primera etapa involucra la mezcla, la deformación, la fractura y la soldadura de partículas de polvo. Esta etapa es ejemplificada por el desarrollo de partículas gruesas y finas de la carga de polvos iniciales. Las partículas de polvo dentro de la fricción de partículas gruesas inicialmente son placas formadas por el apilamiento de partículas equiaxiales y tienen el mismo volumen que las partículas de polvo iniciales. Hacia el final del periodo, un incremento en el número de partículas compuestas con los mismos ingredientes colocadas en placas paralelas también aparecen en la fracción de partículas gruesas. Las partículas de polvo fino son predominantemente equiaxiales y representan fragmentos de las partículas dentro de la mezcla iniciadora. La distribución del tamaño de los polvos no cambia drásticamente durante este periodo de tiempo y partículas de polvo y capas soldadas permanecen relativamente dúctiles. Debido a la naturaleza estadística del proceso, las durezas de las partículas son extremadamente dispersas y hay una variación significativa en la morfología de las mismas.

2. Periodo de predominio de soldadura

Durante este periodo, hay un incremento sustancial en la cantidad relativa de la fracción de partículas gruesas mientras que la cantidad de partículas finas permanece igual. Las fracciones de partículas gruesas exhiben un compuesto de estructura multicapa con láminas paralelas a la longitud axial. Las partículas finas permanecen elementales pero son ahora principalmente hojuelas. Estas partículas finas de polvo son probablemente fracturas de las orillas de las partículas gruesas compuestas que no son soldadas en frío para formar otra lámina.

La dureza de las partículas muestra un incremento sustancial por encima de los polvos iniciadores puesto que casi todo el material ha sido deformado severamente.

3. Periodo de formación de partículas equiaxiales

Un decremento notable en forma de hojuelas largas es observado con una tendencia hacia la formación de más partículas equiaxiales. Probablemente este es el resultado de un decremento significativo en la ductilidad de las partículas de polvo compuestas. En cambio en la estructura de las partículas de polvo fino, no obstante, es mucho más notable. Esto es marcado por la desaparición virtual de los fragmentos de polvos elementales y la aparición de partículas compuestas consistiendo de láminas paralelas de una estructura similar a la de los polvos gruesos. Esas particularidades de polvo son originadas a partir de la fractura de partículas con similar estructura dentro de la fracción de partículas gruesas. Al mismo tiempo, las partículas pequeñas elementales son principalmente capturadas por la soldadura de otras partículas.



4. Inicio de la orientación aleatoria de la soldadura

Dentro de este periodo de tiempo, el espaciamiento laminar decrece y las láminas llegan a ser enroscadas o jaspeadas en lugar de ser lineales. Hay una tendencia similar hacia el enroscamiento de las láminas en la fracción de polvos finos. La apariencia de la estructura del enroscamiento es debida a la soldadura junto de las partículas de polvo equiaxiales sin ninguna preferencia a la orientación con los cuales ellos se sueldan. Durante esta etapa de procesamiento, hay un incremento continuo en la dureza de la partícula y concurrente decremento en la ductilidad, esto conduce a incrementar la tendencia a la fractura de la partícula.

5. Etapa final del procesamiento

La etapa final del procesamiento es caracterizada por la creciente homogeneidad microestructural interna y refinamiento de todas las fracciones de tamaños de las partículas a tal grado que ya no pueden seguir alargándose ópticamente. Hay un equilibrio razonable entre las frecuencias de fracturas de la partícula y la soldadura, así el promedio del tamaño de las partículas no varía mucho durante esta etapa, ni la distribución en el tamaño de partícula. Sin embargo, la microestructura interna de las partículas de polvo se hace cada vez más fina. La dureza del polvo libre tiene una proximidad a la saturación.

3.8. Factores que influyen en la contaminación de polvos

El medio de molienda, incluyendo bolas y contenedor, puede intercambiar una cantidad substancial de Fe a los polvos molidos. Se sabe que los aceros inoxidable, como medio, causan una contaminación mayor de hierro que las bolas de acero de alta dureza.

Sin embargo, se puede evitar la contaminación con un medio de molienda hecho del mismo material. La contaminación también depende del tipo de máquinas de molienda y velocidad de molienda.

La atmósfera de molienda también es una causa potencial de contaminación durante la aleación mecánica. La contaminación por oxígeno es la más grave para metales reactivos tales como el Al. Para evitar esto, los gases inertes, principalmente argón y helio son utilizados ampliamente como atmósferas de molienda. Usar el vacío es otra alternativa.

Otro tipo de contaminación puede provenir del agente controlador del proceso, que es usado para modificar la superficie de las partículas deformadas. Adiciones de un agente controlador apropiado del proceso impiden el contacto metal-metal necesario para la soldadura en frío, reduciendo así la soldadura y promoviendo la fractura.



4. EQUIPOS USADOS PARA FABRICAR ALEADOS MECÁNICOS

4.1. Descripción general de los equipos

En el proceso de aleación mecánica, la carga de polvos es colocada en un contenedor con un medio apropiado de molienda bajo una atmósfera inerte o controlada. Los medios típicos de molienda usados incluyen bolas de acero de alta dureza, acero inoxidable o materiales cerámicos. El contenedor conteniendo la mezcla de polvos y el medio de molienda se pone en una máquina de molino de bolas para empezar el proceso de aleación mecánica.

Existen cuatro tipos de molinos que son usados más extensamente para la aleación mecánica: molino atricionador, molino de bolas horizontal convencional, molino de bolas vibratorio y molino de bolas planetario.

4.2. Molino de bolas horizontal convencional

El molino de bolas horizontal convencional o molino de bolas "Tumbling", gira alrededor de un eje central horizontal. En estos molinos, el polvo y las bolas son colocados en un tambor de diámetro mayor que un metro. La velocidad de rotación del tambor debe ser bajo la velocidad crítica que fije las bolas a la pared interna del molino, así la frecuencia de impactos es generalmente baja. Debido al gran diámetro del tambor que es requerido para generar suficiente energía de impacto, este tipo de molinos de bolas no es conveniente para laboratorios de investigación. Este se encuentra en aplicaciones en la industria donde grandes cantidades de partículas de polvos pueden ser aleados mecánicamente en un lote común. Los tiempos de procesamiento típicos son del orden de días. Comparado con otros tipos de molinos es bastante económico.

Una versión modificada del molino horizontal es el llamado molino "uniball". Éste molino usa una celda de acero inoxidable con bolas de acero de alta dureza. El movimiento de las bolas es controlado por un campo magnético externo ajustable. Esta innovación realza las bolas para poder moverse independientemente y producir impactos de diferente nivel de energía.



4.3 Molino atricionador

Normalmente, éste tipo de molinos es vertical y tiene un eje central a lo largo del impulsor y rota a una velocidad superior a 250 rpm en un contenedor estacionario. Dentro del contenedor las bolas son agitadas, generando colisiones de alta energía entre las bolas de acero y la carga de polvo.

Debido a la alta energía de rotación del eje, la capacidad es algo limitada. Este molino puede ser usado para procesar un volumen moderado de material oscilando entre $3,8 \times 10^{-3} \text{ m}^3$ hasta $3,8 \times 10^{-1} \text{ m}^3$ en tiempos de moliendas del orden de horas.

El movimiento entre el eje central, bolas de acero y contenedor puede causar contaminación de los polvos. Para reducir esta contaminación, los instrumentos de la molienda empleados pueden ser cubiertos por una capa del mismo material a ser molido. Como el contenedor es estacionario, este puede ser enfriado fácilmente por agua.

Otro tipo de molino atricionador conocido como "Simoloyer" es horizontal. Este es un molino de bolas rotatorio que combina las ventajas del molino horizontal y el molino atricionador. En este molino es conveniente para usos de laboratorio e industrias con una producción de polvo de 50 gramos hasta 1/2 tonelada.



Fig. 4.1. Molino atricionador.



4.4 Molino vibratorio

El molino vibratorio opera por la agitación de pequeños contenedores a alta frecuencia en ciclos complejos que involucran movimientos en tres dimensiones. Este tipo de molinos que es de más alta energía comparado con los molinos atricionadores, fue desarrollado originalmente para pulverizar muestras espectrográficas. El contenedor tiene una capacidad superior a $55 \times 10^{-6} \text{ m}^3$ haciéndolo ideal para propósitos de investigación, puesto que se producen pequeñas cantidades de polvos (menores a 15 gramos) en tiempos relativamente cortos.



Fig. 4.2. Molino vibratorio Spex 8000D Mixer Miller.



Fig. 4.3. Interior del molino vibratorio Spex 8000D Mixer Miller.



Otro tipo de molino vibratorio es el molino de bolas "Shake", que solamente tiene una simple bola en el contenedor y se ha usado como un dispositivo para la aleación mecánica siendo una herramienta para investigar los efectos de sistemas dinámicos sobre el proceso de molienda.

4.6 Molino de bolas planetario

El molino de bolas planetario es usado frecuentemente para la aleación mecánica. La máquina es apropiada para propósitos de investigación en laboratorios para producir cantidades pequeñas de polvos, tan pequeñas como unos pocos gramos (2 gramos). El movimiento del molino planetario involucra rotación del tazón sobre dos ejes verticales paralelos separados, análogo a la rotación de la tierra cerca del eje central y los contenedores giran en la dirección opuesta y sobre su propio eje.

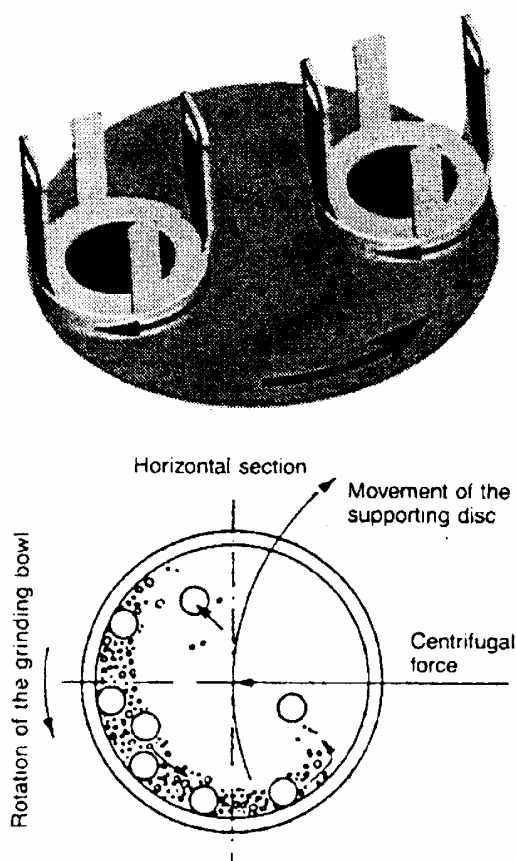


Fig. 4.4. Movimiento del plato giratorio del molino.



Las fuerzas centrífugas generadas por las rotaciones de los contenedores y el disco son aplicadas sobre las bolas y la mezcla de polvos en el contendor. El impacto se intensifica cuando las bolas chocan entre sí. La energía de impacto de las bolas de molienda puede ser cambiada por modificación de la velocidad de rotación del disco. La ventaja de este tipo de molinos de bolas no es solamente la alta energía de impacto que puede ser obtenida, sino también la alta frecuencia del mismo, la cual reduce la duración del proceso de aleación mecánica.



5. DESCRIPCION DE LOS ELEMENTOS DE LOS INTERMETÁLICOS DE Fe-Al

5.1. Descripción del hierro

El hierro ya era conocido y utilizado por civilizaciones antiguas. Es uno de los materiales más abundantes de la corteza terrestre y probablemente más importantes ya que se utiliza ampliamente con respecto a cualquier otro metal. Su fabricación en altos hornos ha sido extensamente estudiada.

El hierro puro es un metal blanco lustroso muy maleable. Sin embargo es reactivo y forma fácilmente una capa de óxido hidratado en su superficie en presencia de aire húmedo. Esta capa no es coherente y se separa en escamas revelando superficies nuevas que pueden ser atacadas posteriormente.

Según la temperatura, el hierro puro existe en tres formas distintas denominadas Fe α , Fe γ y Fe δ . El Fe α es una forma polimorfa del hierro estable por debajo de 906 °C y es magnético hasta 768 °C. El Fe γ es una forma polimorfa estable entre 906 y 1403 °C y es no magnético, su campo de estabilidad ésta reducido por la presencia de carbono, magnesio y níquel siendo la base de soluciones sólidas austeníticas. El Fe δ es una forma polimorfa del hierro estable entre 1403 °C y el punto de fusión.

El hierro es la base del acero. Las propiedades del acero se obtienen por la aleación de hierro con carbono, níquel, cromo y otros elementos de proporciones variadas que resultan en materiales con propiedades mecánicas y físicas muy diferentes.

El hierro también es un elemento esencial de todo ser humano. El cuerpo humano contiene un promedio de 4 g. de este elemento. La mayoría del hierro del cuerpo humano está presente en la hemoglobina, pigmento respiratorio a la base del mecanismo de transporte del oxígeno por los glóbulos rojos.

A continuación se ha realizado una tabla con las propiedades más importantes del hierro.



Propiedades atómicas	
Estructura cristalina	BCC
Estructura electrónica	Ar 3d ⁶ 4s ²
Número atómico	26
Peso atómico (amu)	55,847
Propiedades eléctricas	
Resistividades eléctrica (μOhmcm)	10,1 a 20°C
Propiedades mecánicas	
Dureza - Vickers	120-300
Resiliencia Izod (J / m)	8,0-16,0
Límite elástico (MPa)	120-150
Módulo de elasticidad (GPa)	211,4
Relación de Poisson	0,293
Resistencia a la tracción (MPa)	180-210
Propiedades físicas	
Densidad (g/cm ³)	7,87 a 20 °C
Punto de ebullición (°C)	2750
Punto de fusión (°C)	1535
Propiedades térmicas	
Calor específico (J/K Kg)	444 a 25 °C
Calor latente de evaporación (J/g)	6095
Calor latente de fusión (J/g)	272
Coeficiente de expansión térmica ($\times 10^{-6}$ /K)	12,1 a 0-100 °C
Conductividad térmica (W/mK)	80,4 a 0-100 °C

Tab. 5.1. Tabla de propiedades del hierro.

5.2. Descripción del aluminio

Fue descubierto por Hans Orsted en Copenhague, Dinamarca en 1825. El aluminio es un material reactivo plateado que suele estar recubierto por una capa de óxido tenaz. Esto hace que sea inerte a los ácidos, pero no a los álcalis. Es el elemento metálico más abundante de la corteza terrestre. El procedimiento de extracción consta de dos fases: antes se debe extraer el óxido de aluminio puro Al_2O_3 de la bauxita bruta, sucesivamente se produce la reducción electrolítica del óxido de aluminio o alúmina. Esta electrólisis se produce sobre una mezcla de alúmina y criolita Na_3AlF_6 .



El metal tiene buenas propiedades térmicas, es maleable y dúctil pero tiene escasa resistencia mecánica. El aluminio y sus aleaciones suelen ser utilizados para aplicaciones diversas que incluyen montajes de aviones o piezas de motores.

A continuación se ha realizado una tabla con las propiedades más importantes del aluminio.

Propiedades atómicas	
Estructura cristalina	FCC
Estructura electrónica	Ne 3s ² 3p ¹
Número atómico	13
Peso atómico (amu)	26,981
Propiedades eléctricas	
Resistividades eléctrica (μOhmcm)	2,67 a 20°C
Propiedades mecánicas	
Dureza - Vickers	35-48
Límite elástico (MPa)	110-170
Módulo volumétrico (GPa)	75,2
Módulo de elasticidad (GPa)	70,6
Relación de Poisson	0,345
Resistencia a la tracción (MPa)	130-195
Propiedades físicas	
Densidad (g/cm^3)	2,7 a 20 °C
Punto de ebullición (°C)	2467
Punto de fusión (°C)	660,4
Propiedades térmicas	
Calor específico (J/K Kg)	900 a 25 °C
Calor latente de evaporación (J/g)	10800
Calor latente de fusión (J/g)	388
Coeficiente de expansión térmica ($\times 10^{-6} / \text{K}$)	23,5 a 0-100 °C
Conductividad térmica (W/mK)	237 a 0-100 °C

Tab. 5.2. Tabla de propiedades del aluminio.



5.3. Características generales de los intermetálicos de Fe-Al

Ampliamente, se puede definir un intermetálico como una parte de las aleaciones que consisten en uno o más metales y son fases o compuestos con relaciones atómicas enteras y bien definidas con un intervalo muy limitado de composiciones posibles.

Poseen una estructura cristalográfica con orden de largo alcance que en algunos compuestos puede mantenerse hasta la temperatura de fusión y en otros puede desordenarse a una temperatura característica más baja. Esta estructura ordenada hace que los coeficientes de autodifusión sean menores que en una aleación desordenada, proporcionando una mayor estabilidad estructural a altas temperaturas y buena resistencia a la fluencia.

Combinan, además, propiedades como baja densidad, elevada resistencia mecánica a altas temperaturas y buena resistencia a la oxidación. Los principales inconvenientes son la escasa ductilidad y tenacidad a temperatura ambiente.

Las propiedades mecánicas se explican por estructuras de superdislocaciones complejas que impiden el deslizamiento mediante diferentes procesos. En unos casos se forman configuraciones de núcleos de dislocaciones extendidas que producen elevadas fuerzas de fricción. También las dislocaciones se disocian produciendo configuraciones de dislocaciones inmóviles o deslizamiento plano, lo que en definitiva provoca aumentos del límite elástico, de la velocidad de endurecimiento y de la fragilidad. Otra causa de la escasa ductilidad de policristales de estos materiales es la debilidad de las fronteras de grano.

Estos intermetálicos son estudiados en diferentes campos para la industria del transporte, ya sea en el ámbito de la automoción o aeronáutico, gracias sobre todo a sus buenas características mecánicas a un bajo coste.

Las propiedades interesantes de los intermetálicos de Fe-Al son su elevada resistencia a la oxidación y a la sulfuración a altas temperaturas debido a la formación de una capa protectora de alúmina, muy adherente.

Las densidades de estos intermetálicos están comprendidas entre aprox. 5,5 - 6,7 g/cm³. Estos materiales pueden ser aplicados, al menos hasta, 650 °C, sin embargo uno de los problemas es la fragilidad a temperatura ambiente.

Las propiedades más sobresalientes de los intermetálicos de hierro y aluminio incluyen:

- Su densidad es más baja que la de muchos aceros inoxidable, debido a su gran contenido de aluminio.



- Resistencia a la oxidación excepcional.
- Buena resistencia a la corrosión en diversos medios acuosos.
- Tienen una elevada resistencia eléctrica (50-100% mayor que la de los materiales usados como resistencias disponibles comercialmente) la cual incrementa con la temperatura.
- Bajo coste material, debido a que estos materiales usan elementos muy abundantes sobre la tierra, Fe y Al.

A pesar de las características atractivas mencionadas anteriormente, son materiales que tienen baja ductilidad y fractura frágil a temperatura ambiente, pobre resistencia a termofluencia a temperaturas altas, además de problemas de soldabilidad y de procesamiento. Sin embargo la limitada ductilidad a temperatura ambiente ha sido el mayor impedimento para su uso comercial en aplicaciones estructurales.

Por otro lado la ductilidad de los intermetálicos de Fe y Al puede ser mejorada controlando:

- Composición.
- Microestructura.
- Estructura de la fase ordenada.
- Condiciones superficiales.

Se ha considerado que el límite elástico y el endurecimiento aumentan a medida que lo hace el contenido de aluminio pero la ductilidad disminuye a medida que aumenta el tamaño de grano y se cree que en el intervalo de 1373 - 1673 °C el material deforma mediante dos mecanismos independientes, pero con la misma energía de activación. Ambos mecanismos dependen del tamaño de grano, pero para las tensiones más altas con un exponente de termofluencia de $n=5$, la resistencia aumenta a medida que disminuye el tamaño de grano mientras que para $n=1$ ocurre lo contrario [23].

La siguiente figura muestra el diagrama de equilibrio entre el hierro y el aluminio [24].



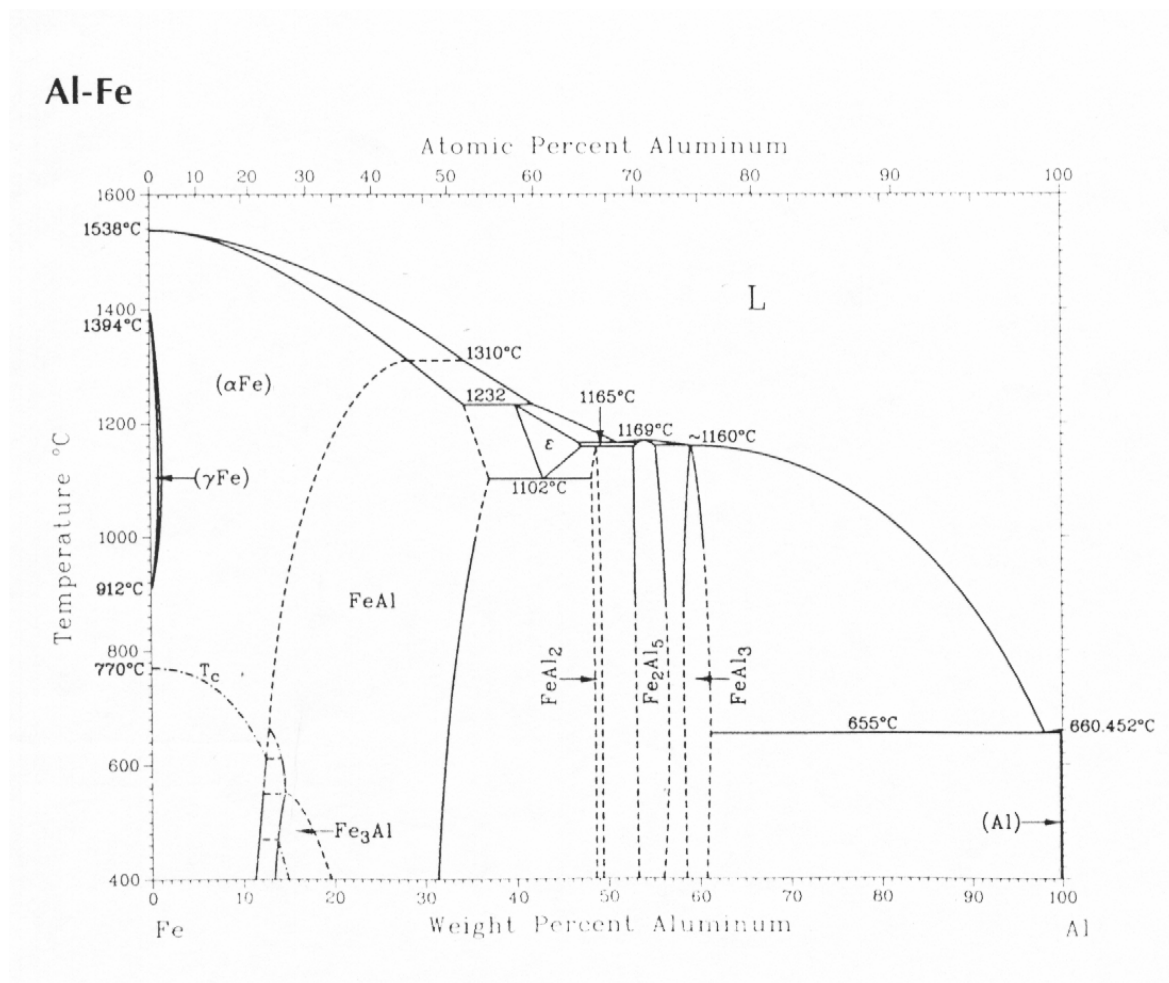


Fig. 5.1. Diagrama de fases del Fe-Al.

Como se puede observar en la Figura 5.1, los intermetálicos Fe-Al₂, Fe₂-Al₅ y Fe-Al₃, tienen una fusión prácticamente congruente alrededor de aprox. 1165 °C, con lo que el intermetálico funde casi con una única temperatura de fusión. Esta temperatura de fusión es más baja que la del hierro puro de aprox. 1535 °C pero más elevada que la del aluminio que es de 660 °C.

Se ha descartado el estudio del Fe₃-Al debido a que la resistencia a la fluencia es muy baja incluso a temperaturas moderadas asociándose a la estructura cristalina relativamente abierta de estos materiales. Esta característica excluye a este tipo de intermetálicos de las aplicaciones a alta temperatura.

Así mismo se ha rechazado para el estudio el Fe-Al₂ ya que tiene una composición más estricta y puede ser más difícil de obtener.



Por otro lado el Fe-Al₃ es el material más estudiado con lo que se ha creído también poco interesante.

Tampoco se ha considerado oportuno el estudio del Fe-Al debido a que muestra transformaciones de fase de Fe₃-Al a Fe-Al en un rango de temperaturas de 400 a 550 °C y no tiene una fusión congruente por encima de los 1300 °C.

El intermetálico que se intenta procesar es pues Fe₂-Al₅ ya que muestra una temperatura de fusión elevada que lo hace especialmente interesante a altas temperaturas.



6. METODO EXPERIMENTAL

6.1 Molino para polvo

Para la realización de los ensayos para obtener un intermetálico de Fe-Al, se ha dispuesto de un molino planetario de bolas que pertenece al Departamento de Ciencia de los Materiales i Ingeniería Metalúrgica de la Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial de Barcelona.

El molino es el modelo "pulverisette 5" de la marca Fritsch GmbH de tipo planetario. Antes de su utilización se ha facilitado el manual de instrucciones y se ha comprobado que tiene el marcaje CE conforme a las directivas europeas de seguridad de máquinas.



Fig. 6.1. Molino de bolas utilizado para los ensayos.



6.2. Botes y bolas de molienda

Los botes utilizados para la molienda han sido fabricados expresamente para este proyecto, debido a que los botes originales del molino eran utilizados para otras pruebas, con el objetivo de no contaminar las muestras.

Para la fabricación de los botes se han realizado los planos siguiendo las mismas medidas que los originales y se ha utilizado un acero inoxidable tipo SAE-AISI 304 VHN 200 [ver anexo].

El volumen aproximado de la capacidad de los botes de molienda fabricados es de aprox. 250 cm³.

Se ha elegido acero inoxidable del tipo SAE-AISI 304 austenítico por sus características mecánicas ya que este tipo de aceros tienen excelente ductilidad, conformabilidad y resistencia mecánica, y a la corrosión. Estos aceros tienen normalmente mejor resistencia a la corrosión que los aceros inoxidables ferríticos y martensíticos ya que los carburos pueden ser retenidos en soluciones sólidas por enfriamiento rápido a altas temperaturas, sin embargo si estos aceros han de ser soldados o enfriados lentamente desde una temperatura a través del rango de 870 a 600 °C pueden ser susceptibles de corrosión intergranular.

Los botes han sido fabricados con dos válvulas neumáticas en las tapas para poder crear una atmósfera inerte del polvo y evitar su oxidación. Estas válvulas son totalmente desmontables, a diferencia de los botes originales, característica que ha ayudado en la limpieza de todo el conjunto, en las diferentes moliendas.

Por otro lado, para obtener una buena estanqueidad entre las tapas y los botes, también se han utilizado juntas tóricas de goma.

El montaje de los botes en el plato giratorio del molino se realiza de forma manual siguiendo el esquema de la Figura 6.1.

Las bolas utilizadas han sido las recomendadas por el fabricante del molino y son de un acero para herramientas al cromo templado y revenido, utilizando una cantidad fija de 40 bolas de 10 mm de diámetro, que son las recomendadas en función del volumen de los botes y la masa de carga utilizados.



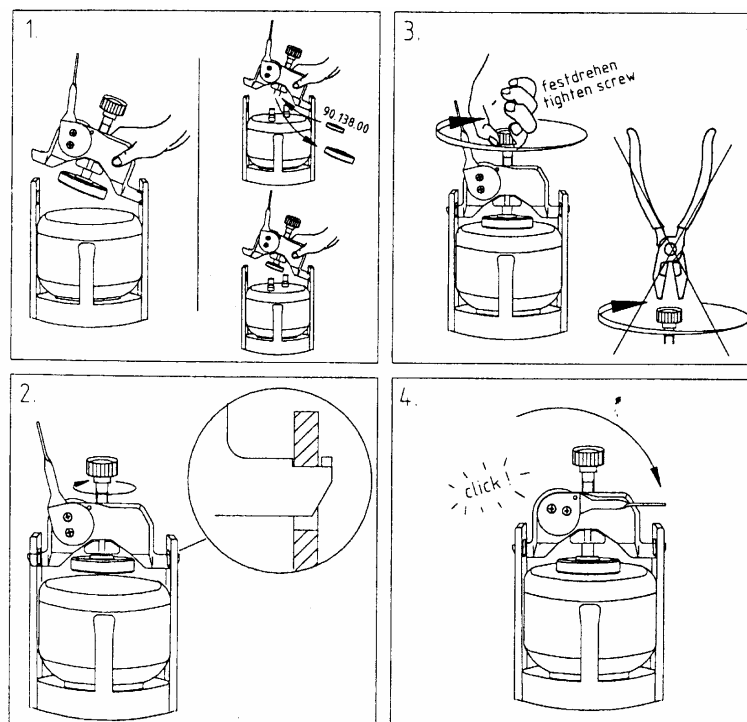


Fig. 6.2. Montaje manual de los botes en el plato giratorio.

6.3 Condiciones de molienda

El molino tiene una pantalla donde se pueden programar los tiempos de molienda según las pruebas a realizar.

Los parámetros utilizados para las diferentes moliendas han sido los siguientes:

Nº de bolas	r.p.m	Peso bolas/peso polvo (aprox.)	Polvo [g]	Cera [g]
40	160	27/1	6	0,01

Tab. 6.1. Parámetros utilizados en las moliendas.

Los parámetros fijos que se han utilizado para obtener las diferentes muestras de polvos han sido de 160 rpm y 30 minutos de tiempo de molienda y pausa variando el número de ciclos o repeticiones en función del tiempo total de molienda deseado.

El tiempo de pausa se ha utilizado para evitar un sobrecalentamiento de la máquina ya que dependiendo del tiempo total de molienda, ha tenido que funcionar durante varias horas seguidas.



7. Caracterización del polvo de origen

7.1. Propiedades de los polvos

En la caracterización del polvo de origen, tanto del Al como de Fe se han utilizado diferentes técnicas y aparatos del departamento del Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica de la Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial de Barcelona.

Sólo se han tenido en cuenta para la caracterización inicial del polvo, aquellas características que se han considerado aplicables o de interés, dejando fuera del alcance del proyecto las características que no aportaban datos relevantes.

1. Pureza de los polvos

La pureza del polvo de origen del aluminio y el hierro se ha realizado con un microscopio electrónico de barrido (SEM), realizando los análisis cualitativos de los dos elementos del hierro y del aluminio.

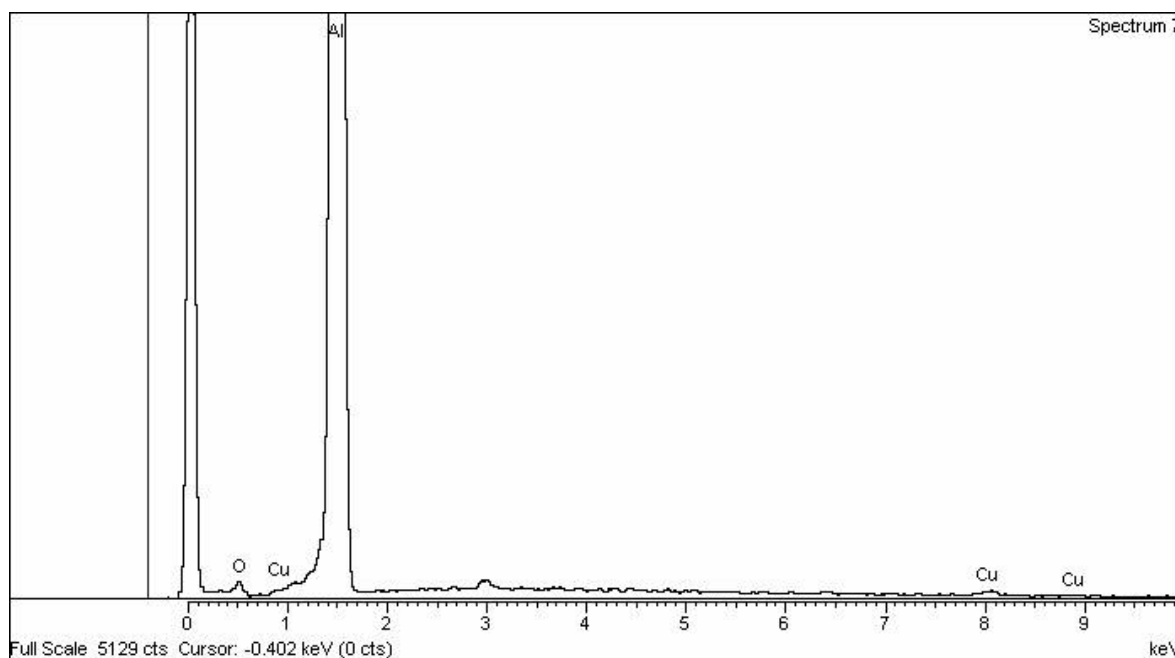


Fig. 7.1. Análisis cualitativo del aluminio.



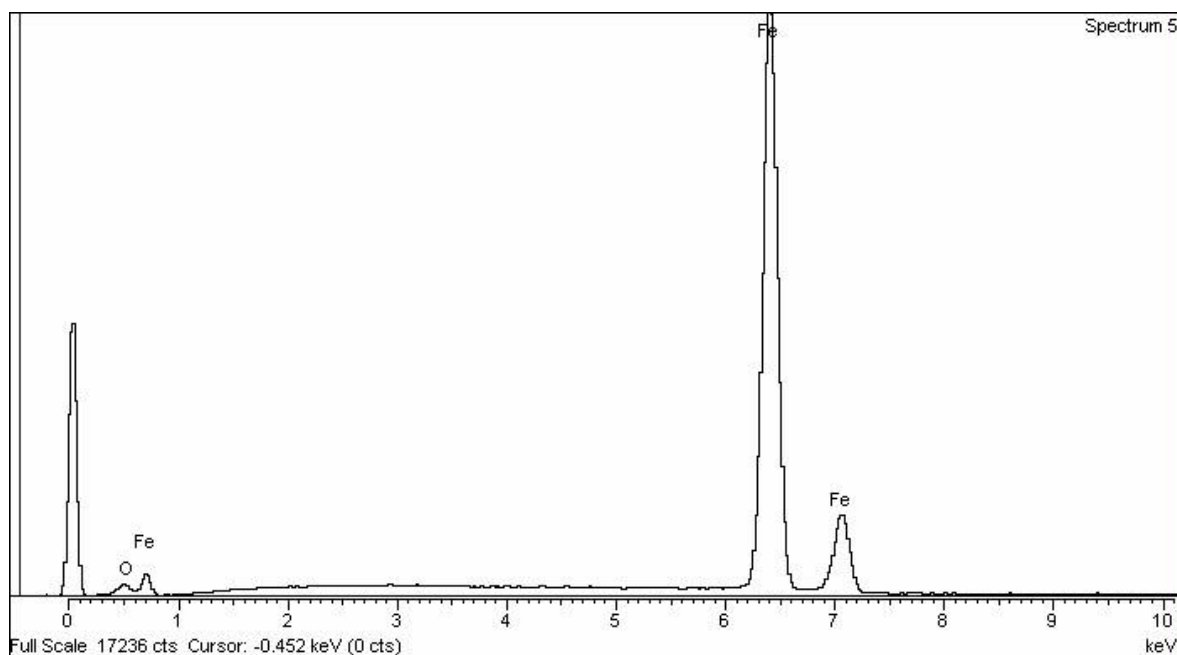


Fig. 7.2. Análisis cualitativo del hierro.

Como se ha podido observar los dos análisis cualitativos enseñan muestras de gran pureza tanto para el aluminio como para el hierro.

2. Dimensiones de las partículas

En el tamaño de las partículas se ha creído conveniente tener un tamaño de partícula fina, tanto para el aluminio como para el hierro entre 45 - 75 μm .

Se han tamizado los polvos de aluminio y hierro con tamices calibrados. El principal objetivo del tamizado ha sido conseguir un tamaño de partícula homogéneo, ya que el fabricante no aseguraba un tamaño de partícula regular.

Para evitar la oxidación del polvo de aluminio y hierro se ha utilizado argón que es un gas noble o inerte. Las propiedades químicas de los átomos del argón dependen principalmente de la reactividad de sus electrones más externos que en este caso tiene una configuración electrónica $s^2 p^6$. Esta configuración para la capa más externa hace que posea alta estabilidad química que no reaccione con la superficie del polvo de aluminio ni con la del hierro.

El argón también ha sido utilizado posteriormente dentro de los botes de molienda para evitar la oxidación durante este proceso, creando una sobrepresión dentro de los botes.





Fig. 7.3. Tamices utilizados de 45 - 75 μm .

Al tamizar los polvos, se ha obtenido suficiente material como para realizar los ensayos programados de la molienda y se han almacenado en probetas diferentes de manera que el oxígeno del aire no oxidara el polvo.

3. Morfología de las partículas

Para determinar la morfología de las partículas se ha utilizado un microscopio electrónico de barrido (SEM).

- Aluminio:

En la primera imagen podemos observar como el tamaño de las partículas de aluminio no es del todo homogéneo pero puede estar comprendido entre 45 - 75 μm con alguna partícula alargada que ocasionalmente puede superar las 75 μm y que puede haber pasado por la malla del tamiz.



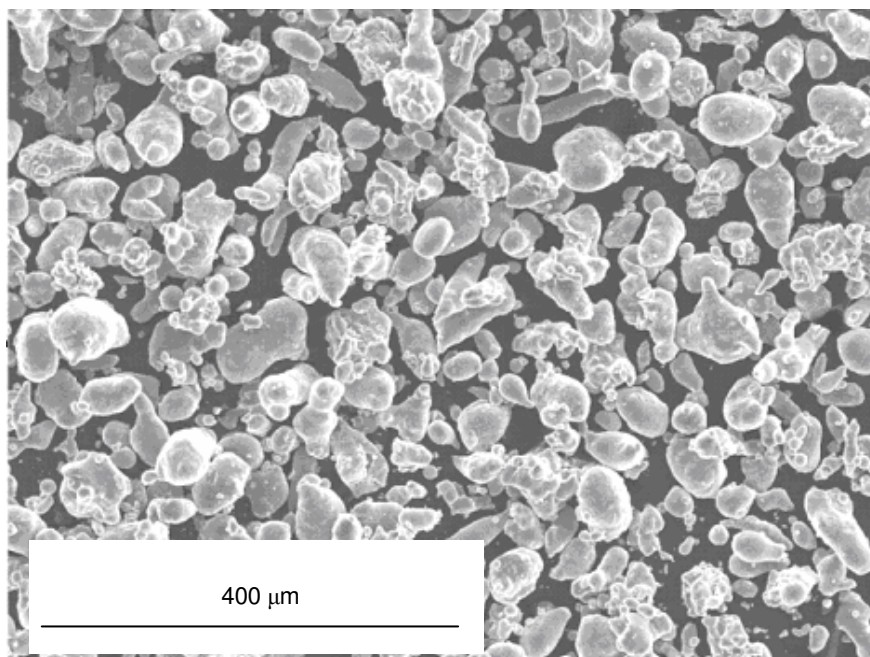


Fig. 7.4. Distribución de las partículas de Al.

Por otro lado se ha podido ver, como muestra la figura siguiente, como la forma de las partículas siguen una forma de lágrima.

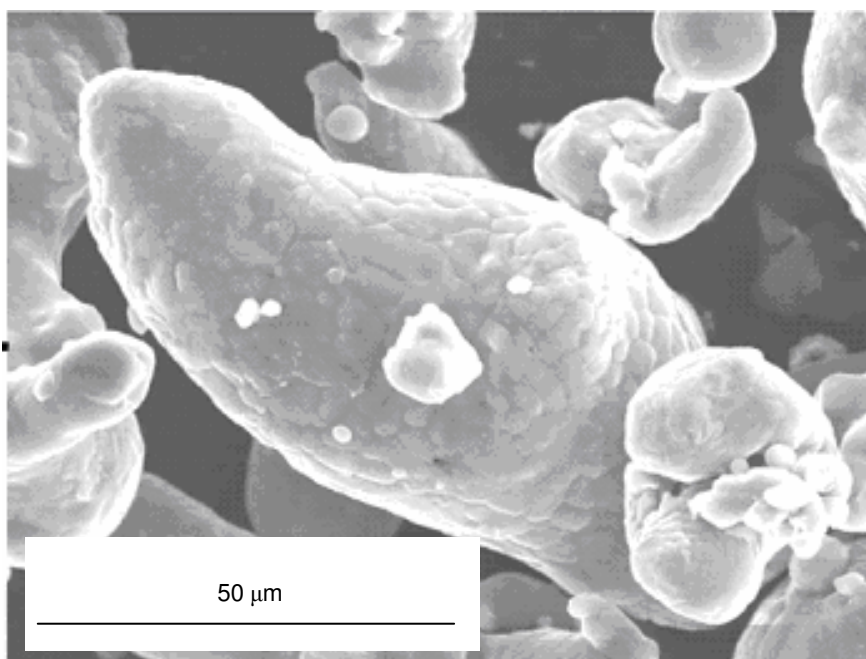


Fig. 7.5. Morfología de una partícula de aluminio.



- Hierro.

En la imagen del polvo de hierro se ha observado como las partículas tienen una forma más regular que las partículas de aluminio y con una distribución más homogénea ya que las partículas no son tan alargadas.

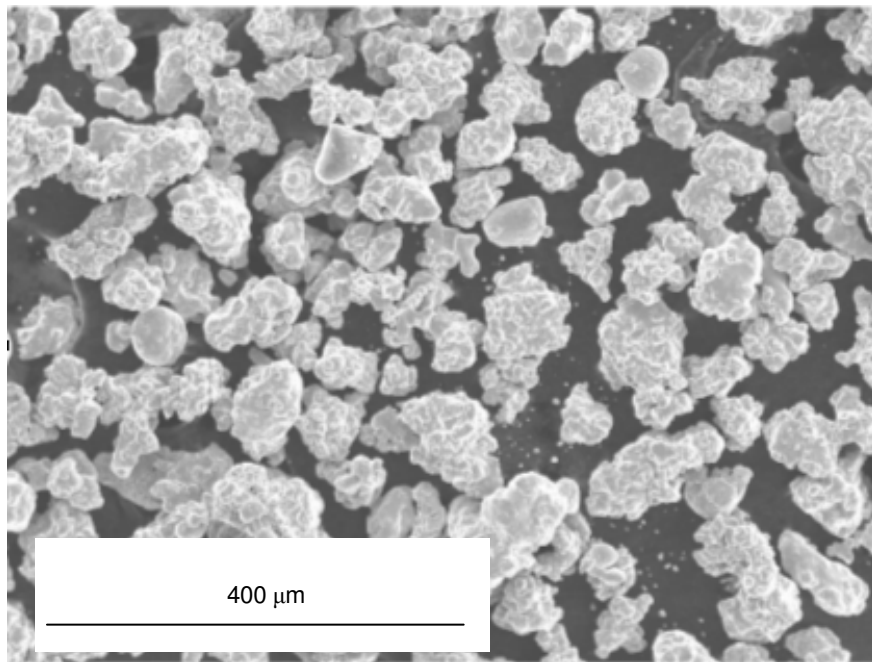


Fig. 7.6. Distribución de las partículas de hierro.

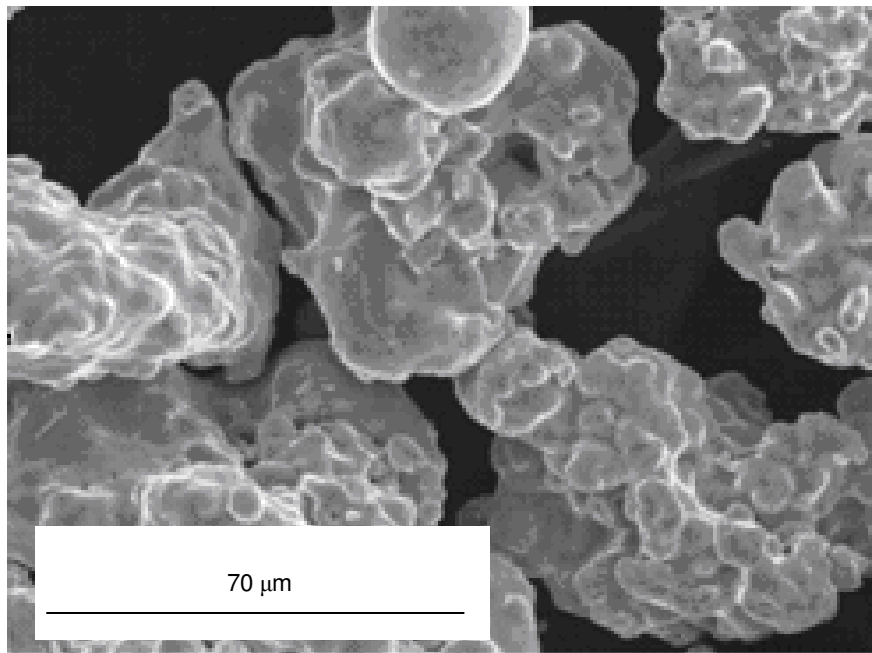


Fig. 7.7. Forma de las partículas de hierro.



Las partículas de hierro según la imagen tienen un tamaño de partícula más homogéneo pero la forma de las partículas es más irregular siendo más esponjosas.

El objetivo final de conseguir tamaños de partícula parecidos es para que al realizar las moliendas, el polvo llegue a mezclarse lo más homogéneamente y lleguen a formar el intermetálico buscado.

4. Microdureza

Se ha decidido también, realizar ensayos de microdureza Hv 0,01 del polvo de aluminio y hierro para caracterizar el polvo de origen.

Para realizar el ensayo de las microdurezas se ha utilizado un durómetro que pertenece al Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica de la Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial de Barcelona, de la marca Akashi modelo MVK-HO.



Fig. 7.8. Durómetro Akashi MVK-HO.

Para determinar las microdurezas se han encastado y pulido las correspondientes probetas para poder ensayar el polvo.



Las probetas se han realizado en baquelita negra y se han compactado durante 10 minutos a una temperatura de unos 100 °C y entre 4 - 6 Kgf. Posteriormente se ha realizado un desbastado y pulido con una suspensión de polvo de diamante de 1 - 6 µm.

El ensayo de microdureza ha sido del tipo Vickers que consiste en un penetrador en forma de pirámide de diamante, aplicando una carga de 10 gramos. Para cada probeta se han tomado 15 medidas diferentes medido las diagonales de la pirámide y se ha calculado la media y la desviación estándar.

Para determinar la microdureza se ha utilizado la siguiente expresión:

$$\text{VHN} = 1,854 \text{ P [Kp]} / d^2[\text{mm}]$$

Los resultados quedan resumidos en la Tabla 7.1:

Microdureza aluminio Hv 0,01		Microdureza hierro Hv 0,01	
Media	Desv.estandard	Media	Desv.estandard
29,1	5,6	125,1	19,9

Tab. 7.1. Resultados ensayo microdureza Vikers Hv 0,01, del polvo de origen Fe y Al.



8. MOLIENDA DE POLVO DE Fe-Al

8.1 Estequiometría polvo de Fe y Al

El objetivo del proyecto es llegar a procesar polvo metálico de Fe y Al para conseguir un intermetálico.

A partir del diagrama de equilibrio del hierro y el aluminio, se pretende encontrar el intermetálico Fe_2Al_5 .

Para obtener polvo del intermetálico Fe_2Al_5 , se han realizado diferentes moliendas con un peso en polvo de 6 gramos de material.

A continuación se detallan los cálculos para obtener la estequiometría deseada:

$$2 \text{ átomos de Fe } 55,85 \text{ g / mol} \times 1 \text{ mol} / 6,021 \times 10^{23} = 1,855 \times 10^{-22} \text{ g.}$$

$$5 \text{ átomos de Al } 26,98 \text{ g / mol} \times 1 \text{ mol} / 6,021 \times 10^{23} = 2,240 \times 10^{-22} \text{ g.}$$

$$\text{Peso Total} = 4,095 \times 10^{-22} \text{ g.}$$

$$\% \text{ W Fe } (1,855 \times 10^{-22} \text{ g.} / 4,095 \times 10^{-22} \text{ g.}) \times 100 = 45,300 \%$$

$$\% \text{ W Al } (2,240 \times 10^{-22} \text{ g.} / 4,095 \times 10^{-22} \text{ g.}) \times 100 = 54,700 \%$$

$$\text{Total} = 100 \%$$

$$(45,300 \% \text{ Fe} / 100) \times 6 \text{ g.} = 2,718 \text{ g. Fe}$$

$$(54,700 \% \text{ Al} / 100) \times 6 \text{ g.} = 3,282 \text{ g. Al}$$

$$\text{Total} = 6 \text{ g.}$$



Además se ha añadido un 1 % de cera de "Etilen Biestearamida Sterat" (EBS) de nombre comercial Acrawax® para mejorar la fluidez de las partículas durante la molienda. Esta particularidad incluye también que el polvo no se pegue a las paredes de los botes durante la molienda.

$$(1 \% \text{ EBS} / 100) \times 6 \text{ g.} = 0,06 \text{ g. EBS}$$

Por otro lado hay que tener en cuenta que la cera de EBS ha sido añadida ya que la causa principal del aumento del coste de fabricación de piezas sinterizadas corresponde a la matricería. De ahí la necesidad de realizar una correcta lubricación de la mezcla de polvos durante la etapa de compactación, minimizando así el desgaste de matrices y punzones.

El lubricante facilita a su vez la compactación del polvo y la extracción del cuerpo verde. Una lubricación insuficiente favorece la aparición de puntos de soldadura, conocidos industrialmente como gripaje entre la pieza y la matriz durante el proceso de compactación.

Este gripaje entre el polvo y la matriz dificulta la extracción del cuerpo verde, produciendo graves desperfectos tanto en la matriz como en la pieza. Por otra parte una buena lubricación interna facilita la movilidad entre partículas, ello implica una mayor homogeneidad en la densidad de la pieza y por tanto una mayor calidad final.

En la etapa de molienda la adición de EBS ha permitido que el polvo se adhiera lo menos posible a los botes.

8.2. Molienda

El objetivo de la molienda con polvos de Fe-Al ha sido conseguir un procesado metódico que nos proporcione una mezcla homogénea de polvo, para poder obtener posteriormente, mediante la compactación y el sinterizado un intermetálico Fe_2Al_5 .

Para ello, se han efectuado diferentes moliendas con el molino, estas moliendas se han realizado en una atmósfera inerte y en sobrepresión de gas Argón 5.0 introducido por las válvulas neumáticas instaladas en las tapas de los botes como se muestra en la Fig. 8.1.

Las válvulas neumáticas utilizadas, también han permitido mantener la sobrepresión en los botes durante las diferentes moliendas realizadas. La sobrepresión que se ha introducido ha sido de aprox. $1 \text{ Kp} / \text{cm}^2$.





Fig. 8.1. Botes dentro del molino una vez introducido el argón.

Después de las moliendas se ha recuperado el polvo y se ha almacenado en probetas que han sido etiquetadas con el número de orden de la molienda, el número de horas y la fecha de recuperación del polvo como se muestra en la Fig. 8.2.



Fig. 8.2. Muestras obtenidas después de realizar una molienda.

De las moliendas realizadas se ha realizado la Tab. 8.1 con las observaciones más significativas que han ayudado a determinar el tiempo de molienda necesario para obtener una mezcla homogénea de polvo.



Molienda	Horas molienda	Muestra	Peso EBS (g)	% EBS	Dureza (Hv 0,01)		Observaciones
					Media	Des.Est	
1	8	A	0,011	0,18	116,00	10,00	Se observa una mezcla homogénea de partículas de aprox. Ø1mm.
		B	0,010	0,17			
2	4	A	0,104	1,73	94,00	47,50	Existe una gran desviación, ya que las durezas dan valores con una distribución bimodal para el Al y el Fe.
		B	0,092	1,53			
3	16	A	0,103	1,72	36,40	15,50	Se observa que la relación de volumen aumenta aprox. 4:1
		B	0,102	1,70			
4	8	A	0,098	1,63	82,20	61,50	Existe una gran desviación, ya que las durezas dan valores con una distribución bimodal para el Al y el Fe.
		B	0,098	1,63			
5	8	A	0,060	1,00	122,70	58,30	Existe una gran desviación, ya que las durezas dan valores con una distribución bimodal para el Al y el Fe.
		B	0,057	0,95			
6	16	A	0,061	1,02	76,60	43,40	Existe una gran desviación, ya que las durezas dan valores con una distribución bimodal para el Al y el Fe.
		B	0,057	0,95			
7	24	A	0,058	0,97	89,90	31,10	Se consigue una relación de volumen aprox. 1:1
		B	0,061	1,02			
8	32	A	0,057	0,95	272,70	33,00	Disminuye el volumen de polvo considerablemente.
		B	0,063	1,05			
9	40	A	0,062	1,03	305,30	21,10	Se consigue muy poca cantidad de polvo debido a que queda adherido a las paredes de los botes y en las superficies de las bolas.
		B	0,062	1,03			
10	40	A	0,062	1,03	302,70	27,80	Se consigue muy poca cantidad de polvo debido a que queda adherido a las paredes de los botes y en las superficies de las bolas.
		B	0,062	1,03			
11	40	A	0,061	1,02	288,10	32,40	Se consigue muy poca cantidad de polvo debido a que queda adherido a las paredes de los botes y en las superficies de las bolas.
		B	0,061	1,02			
12	40	A	0,061	1,02	292,80	35,10	Se consigue muy poca cantidad de polvo debido a que queda adherido a las paredes de los botes y en las superficies de las bolas.
		B	0,059	0,98			
13	40	A	0,060	1,00	305,70	24,40	Se consigue muy poca cantidad de polvo debido a que queda adherido a las paredes de los botes y en las superficies de las bolas.
		B	0,061	1,02			

Tab. 8.1. Moliendas realizadas con el molino de bolas.

Las moliendas 1, 2, 3 y 4 han sido moliendas de prueba hasta encontrar la proporción idónea de cera EBS realizando posteriormente las siguientes moliendas incrementando el tiempo de molienda.



En las probetas, también se ha introducido gas Argón mediante agujas de tipo sanitario creando una sobrepresión para intentar evitar el contacto del aire ambiente con el polvo y disminuir su oxidación. En todas las probetas se ha sellado el tapón con una protección de Parafilm®.

8.3. Microdureza del polvo Fe-Al

A la misma vez que se han ido realizando las moliendas se han ido haciendo probetas, para poder hacer ensayos de microdureza y ver la evolución del polvo metálico y su homogenización. Las microdurezas se han realizado de igual manera que las del polvo de origen.

Hay que tener en cuenta que el objetivo de estos ensayos no ha sido la obtención de la dureza exacta de las partículas de Fe y Al ya que el tamaño de partículas se ha ido afinando y es demasiado pequeño para obtener el valor exacto de dureza, pero si que nos ha proporcionado la suficiente información cualitativa de la mezcla de polvo de Fe y Al para saber si se ha ido mezclando el Fe con el Al.

Los valores de microdureza que se han ido obteniendo a partir de las moliendas de 8, 16, 24, 32 y 40 horas, han ido indicando la mezcla del polvo de Fe con el del Al.

La Figura. 8.3 nos muestra la evolución de las durezas para las diferentes moliendas realizadas y la frecuencia con la que se han ido repitiendo las durezas en los ensayos con el microdurómetro.

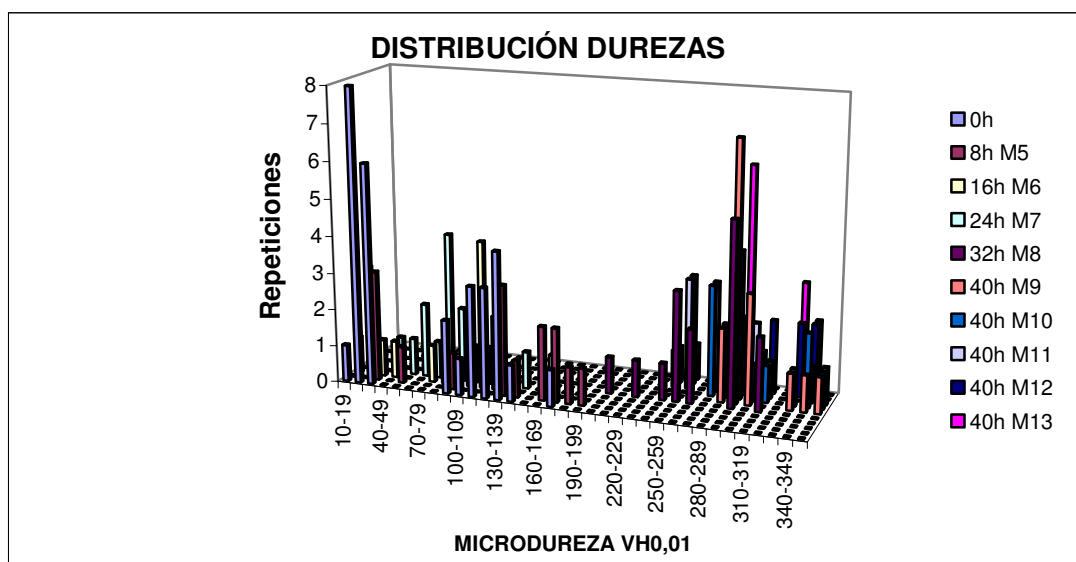


Fig. 8.3. Histograma de distribución de frecuencias, realizado para diferentes moliendas.



A continuación se muestra una secuencia de la evolución de las durezas para cada molienda.

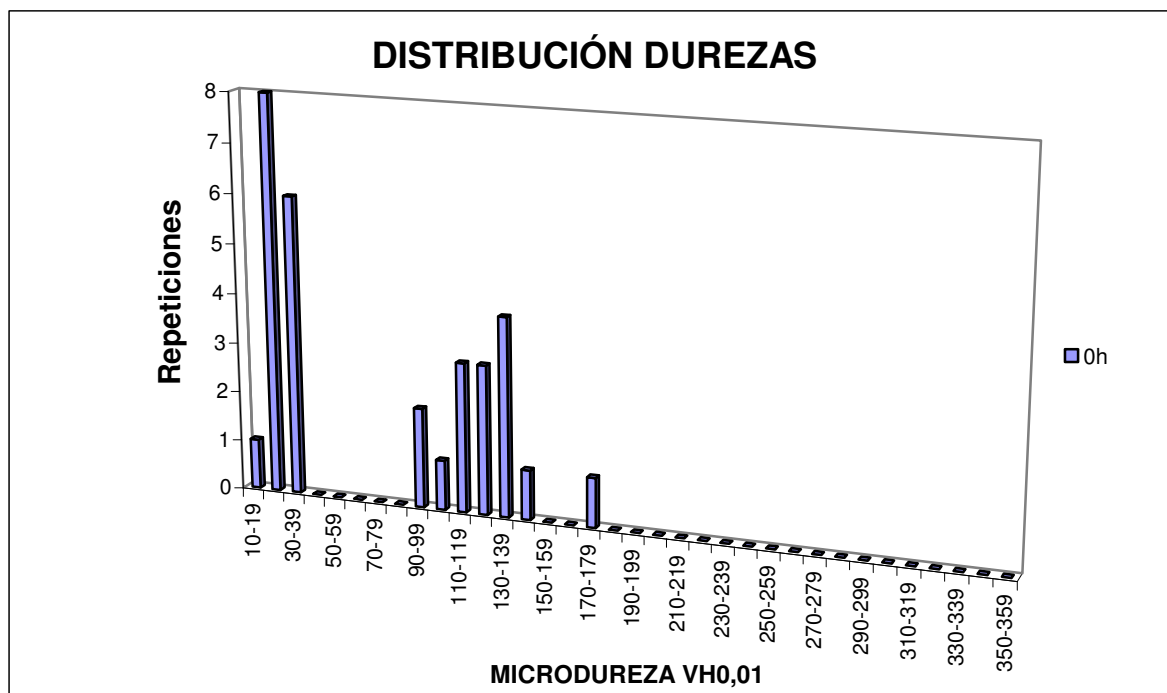


Fig. 8.4. Histograma de distribución de frecuencias, realizado para el polvo de origen.

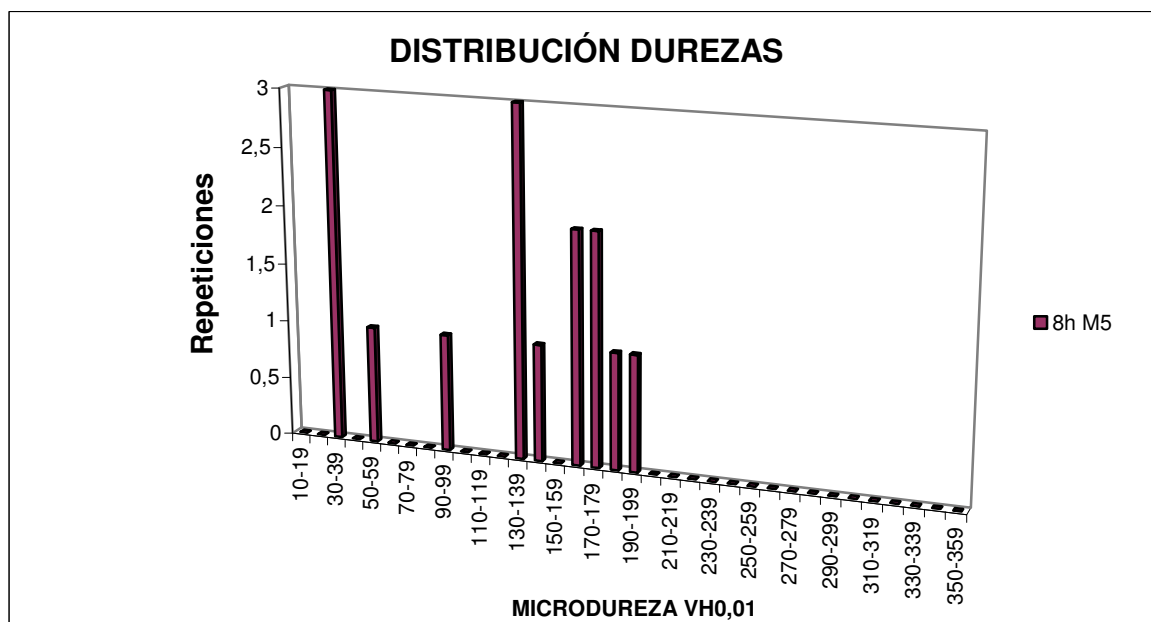


Fig. 8.5. Histograma de distribución de frecuencias, realizado para la molienda 5 de 8 horas.



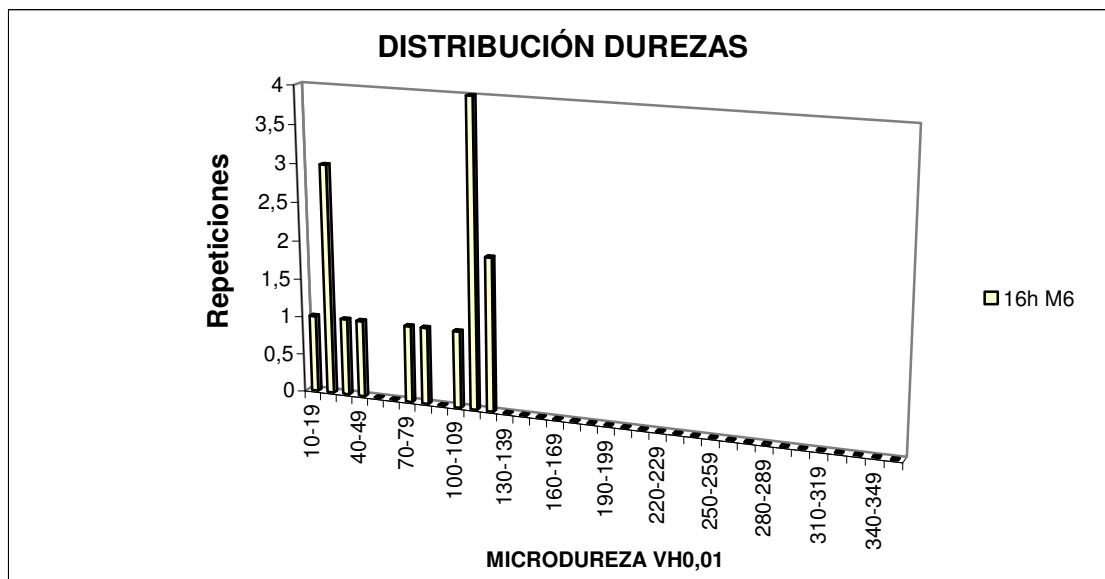


Fig. 8.6. Histograma de distribución de frecuencias, realizado para la molienda 6 de 16 horas.

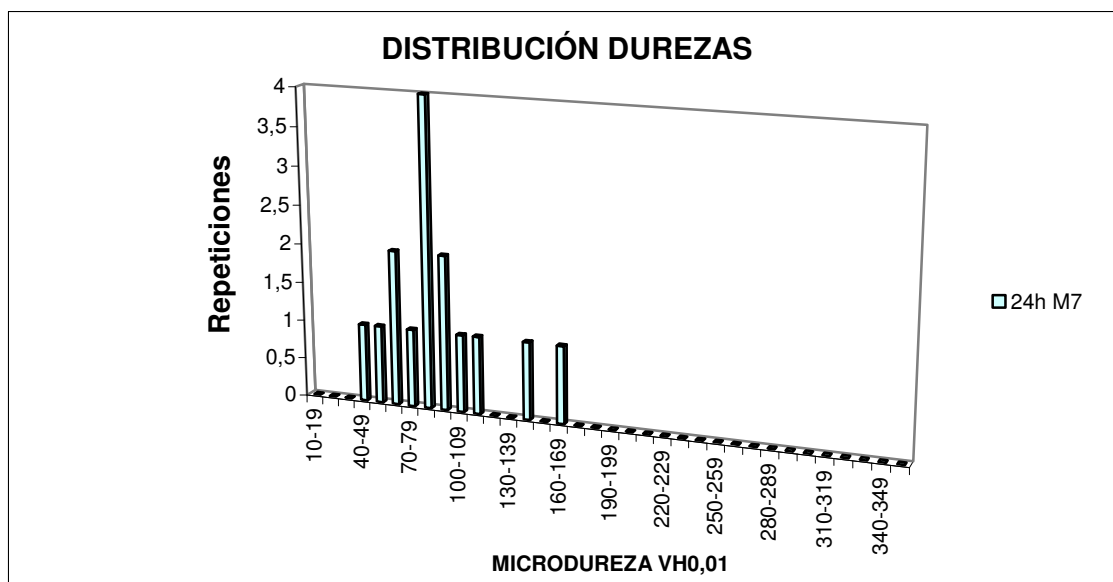


Fig. 8.7. Histograma de distribución de frecuencias, realizado para la molienda 7 de 24 horas.



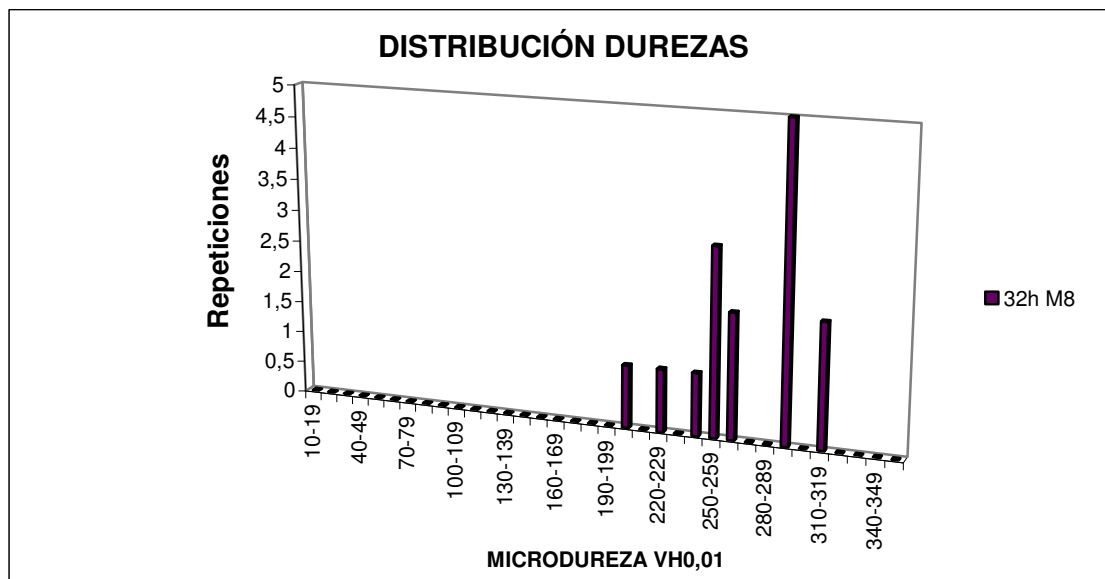


Fig. 8.9. Histograma de distribución de frecuencias, realizado para la molienda 8 de 32 horas.

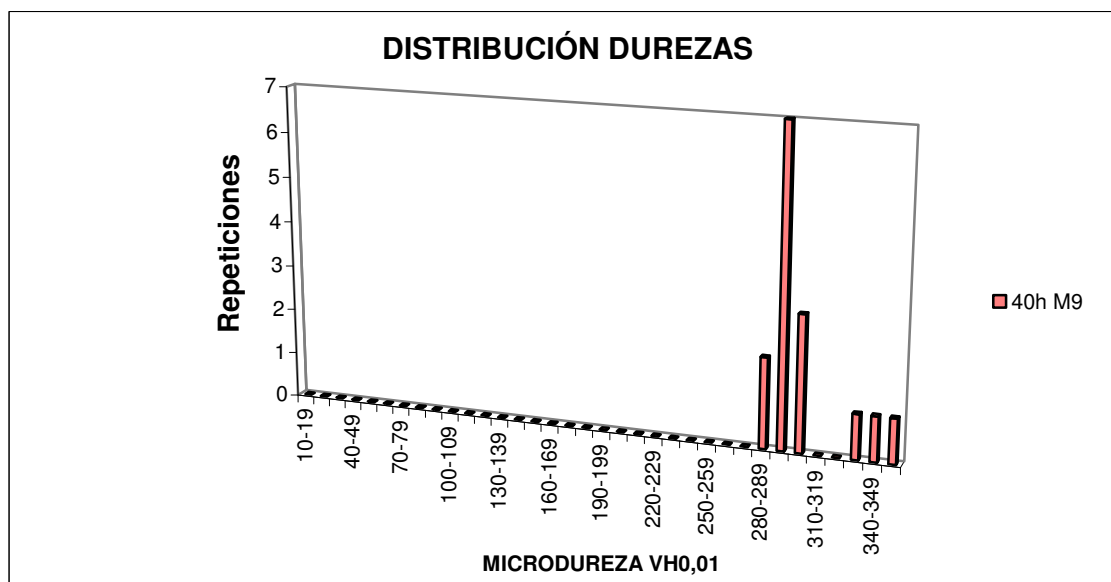


Fig. 8.10. Histograma de distribución de frecuencias, realizado para la molienda 9 de 40 horas.



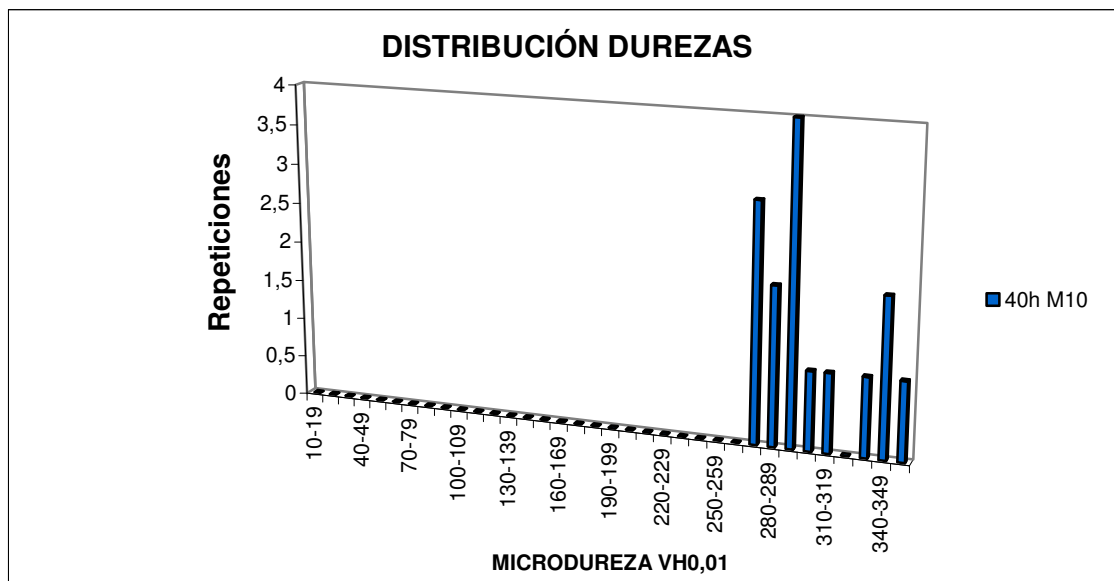


Fig. 8.11. Histograma de distribución de frecuencias, realizado para la molienda 10 de 40 horas.

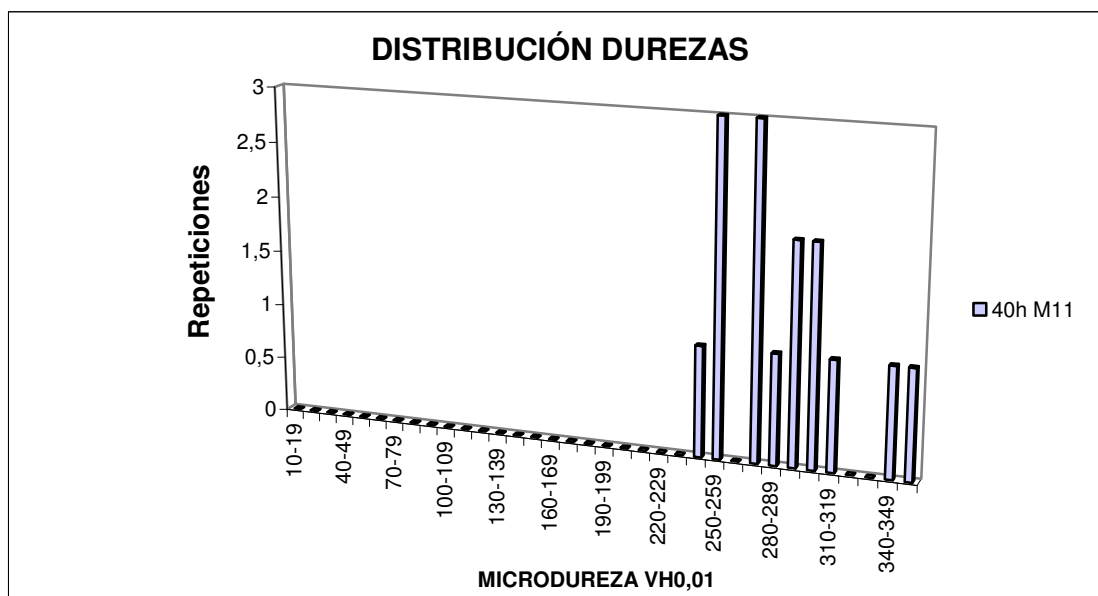


Fig. 8.12. Histograma de distribución de frecuencias, realizado para la molienda 11 de 40 horas.



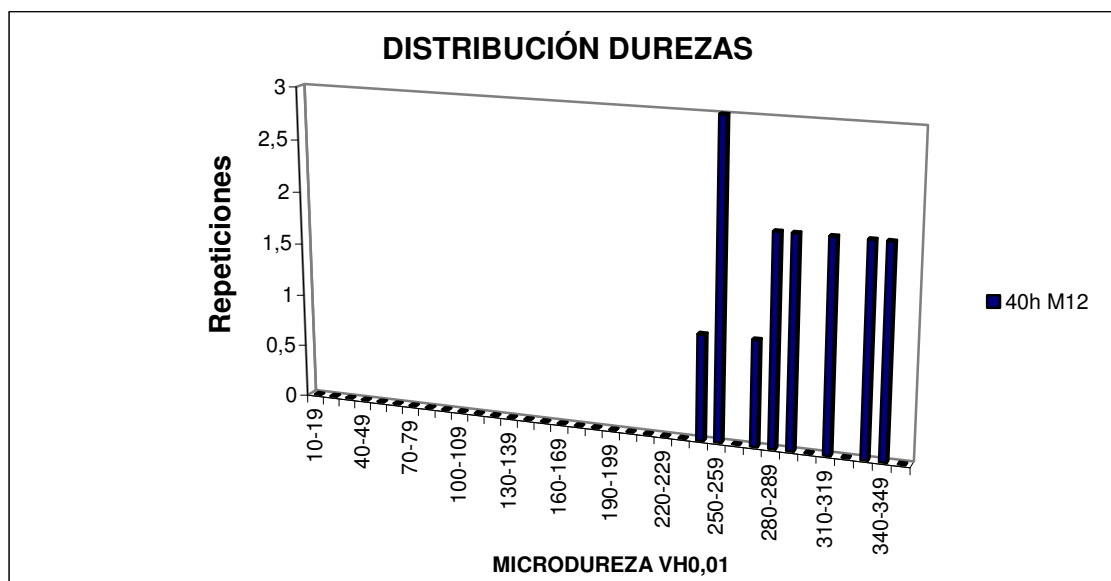


Fig. 8.13. Histograma de distribución de frecuencias, realizado para la molienda 12 de 40 horas.

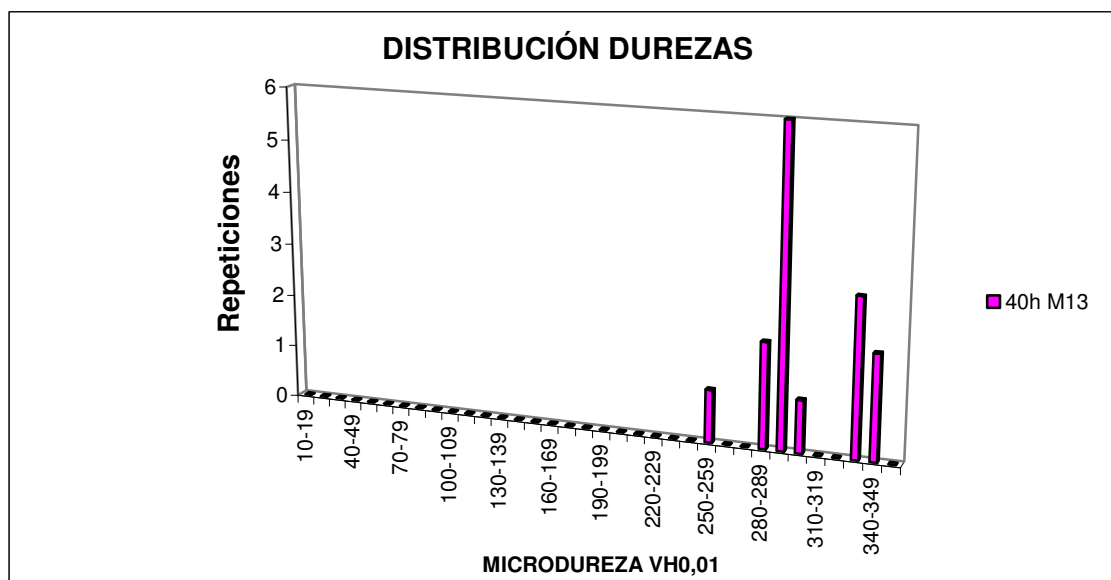


Fig. 8.14. Histograma de distribución de frecuencias, realizado para la molienda 13 de 40 horas.



De la representación de los histogramas de frecuencias de los gráficos de las Figuras 8.4 a 8.14, se han realizado las siguientes observaciones:

- En las moliendas de 0, 8, y 16 horas se observa una distribución bimodal de las durezas que pueden corresponder al Fe y al Al por separado.
- En la molienda de 24 horas hay una tendencia a homogeneizarse la dureza en un término medio a las moliendas anteriores.
- En la molienda de 32 horas se puede considerar que se ha homogenizado en una sola distribución normal pero con un aumento de la dureza apreciable.
- Para las durezas de la molienda de 40 horas existe un ligero incremento de la dureza respecto a la molienda de 32 horas.
- El polvo de la molienda de 40 horas llega a tener una dureza bastante elevada comparada con las durezas obtenidas del polvo de origen de Fe y Al.

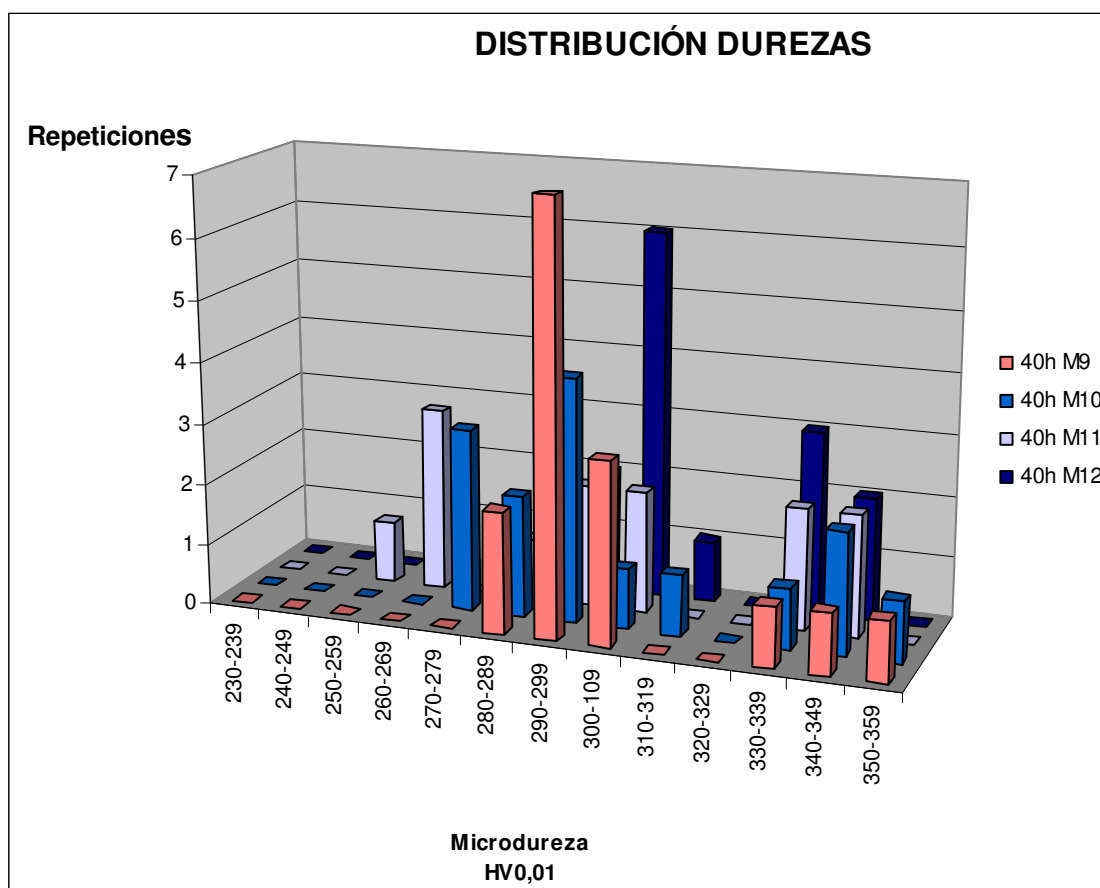


Fig. 8.15. Histograma de distribución de frecuencias de las microdurezas $Hv_{0,01}$, realizado para las moliendas de 40 horas.



Nota: Para el polvo de las moliendas de 40 horas, al realizar los ensayos con un polvo tan duro una pequeña desviación en la medida de las diagonales de la pirámide de Vickers con el goniómetro del durómetro, implica una diferencia de dureza $Hv_{0,01}$, muy significativa. Además las huellas de la pirámide son extremadamente pequeñas y dificultan la medida.

Para determinar como evoluciona la dureza del polvo de Fe-Al dentro del molino respecto al tiempo de molienda se ha realizado el siguiente gráfico de la Figura 8.16.

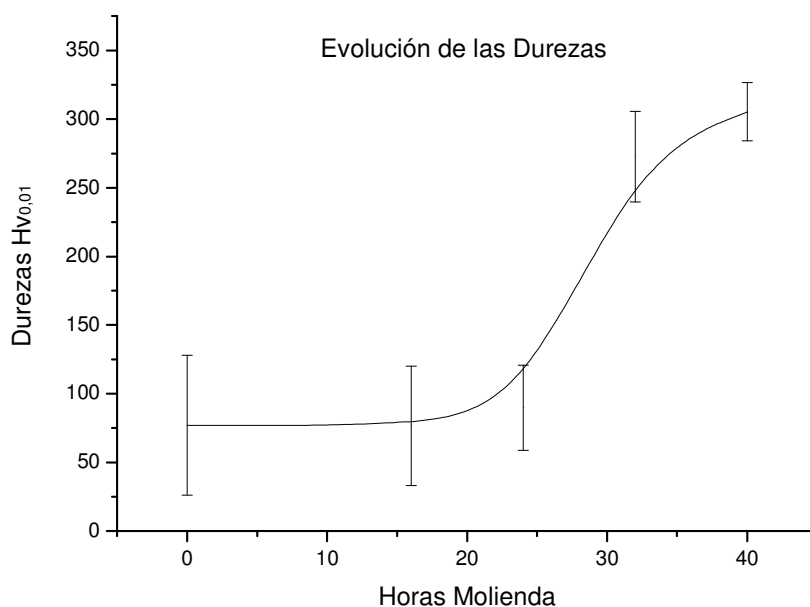


Fig. 8.16. Evolución de la dureza durante el tiempo molienda.

De la representación de la Fig. 8.16 de la evolución de la dureza durante el tiempo de molienda se han realizado las siguientes observaciones:

- Durante las primeras horas de molienda entre 16 y 24 horas, el polvo esta casi en estado puro y la dureza $Hv_{0,01}$ es relativamente baja.
- Entre 24 y 32 horas el polvo de Fe y Al va formándose una solución sólida entre partículas y la dureza va aumentando progresivamente.
- A partir de 32 horas, el polvo de Fe y Al se ha ido homogeneizando y existe un aumento de dureza que tiende a estabilizarse a partir de 40 horas de molienda.
- Por otro lado las desviaciones estándar también muestran una evolución que parece indicar una mezcla cada vez más homogénea entre el Fe-Al.



8.4. Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)

También se han realizado observaciones con el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) para ver como va cambiando la forma de las partículas durante los diferentes tiempos de molienda mecánica y como va variando el tamaño de partícula durante el proceso.

Para la observación de las diferentes muestras de Fe-Al se han lavado las muestras acetona con el fin de eliminar el 1 % de EBS y poder observar las partículas de Fe-Al sin la cera.

Para realizar este proceso se ha utilizado agitador ultrasónico durante aprox. 15 minutos y se ha eliminado la acetona por decantación y evaporación, recuperando el polvo de Fe-Al limpio de EBS.

Posteriormente se ha procedido a observar las muestras en el microscopio.

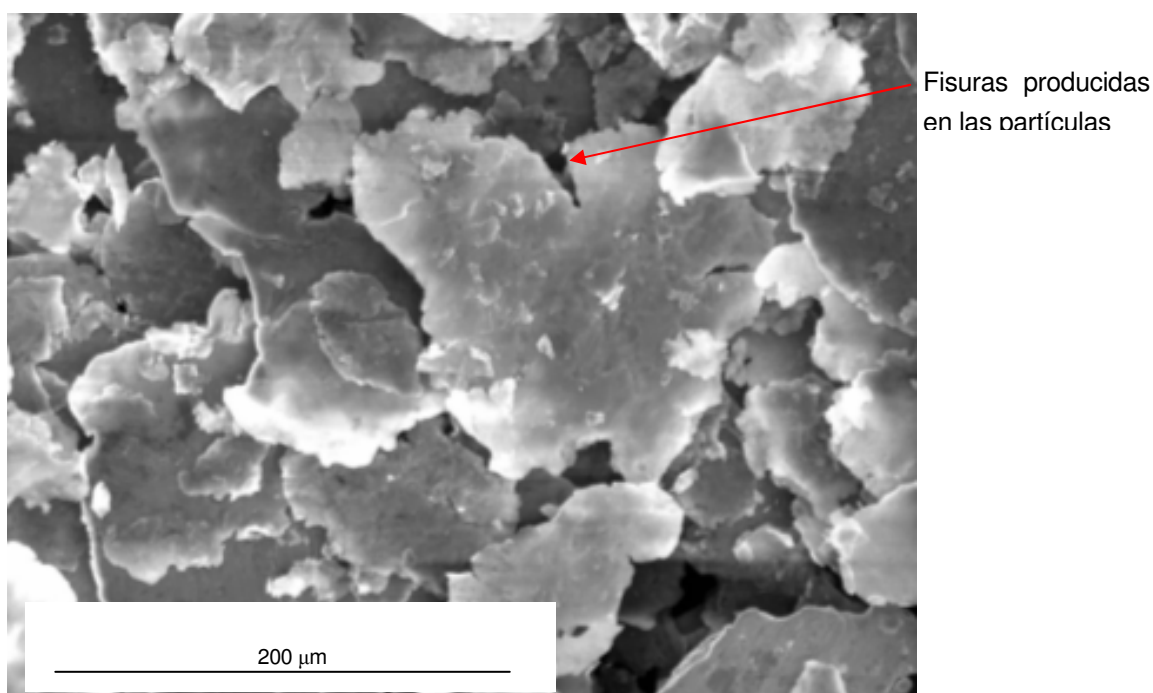


Fig. 8.17.1 Molienda Fe-Al 16 horas.



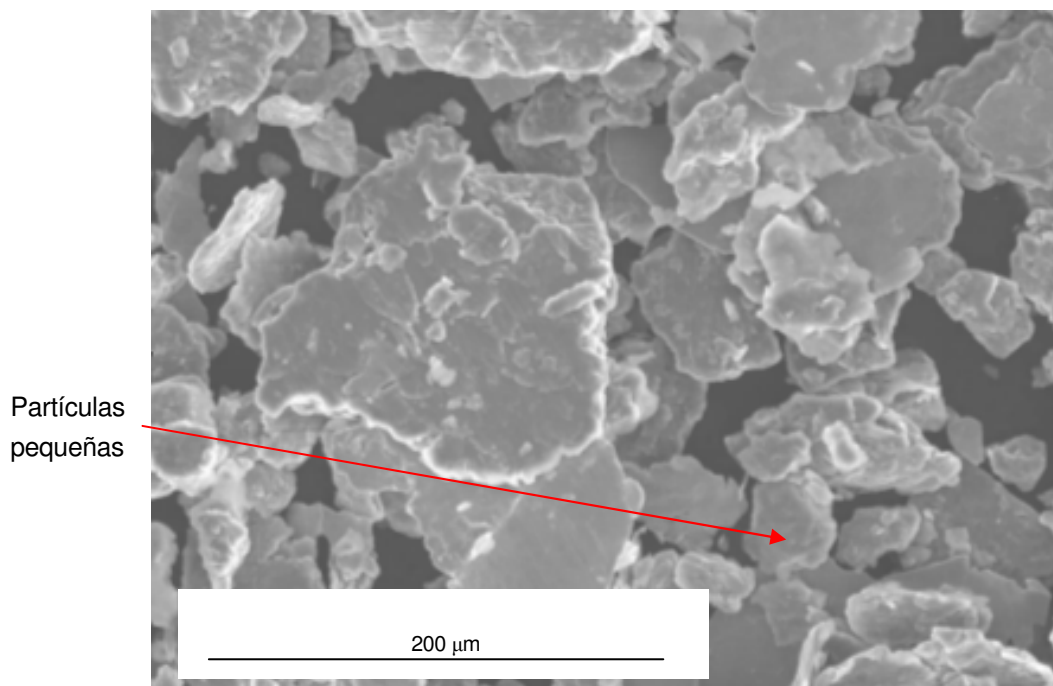


Fig. 8.17.2. Molienda Fe-Al 24 horas.

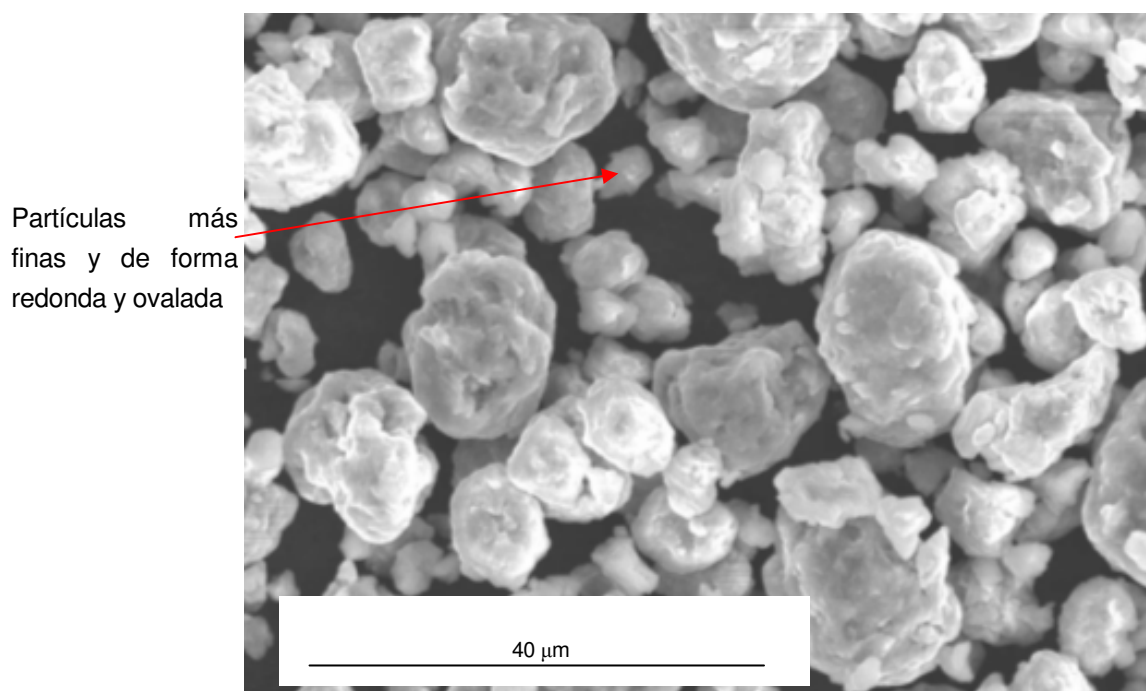
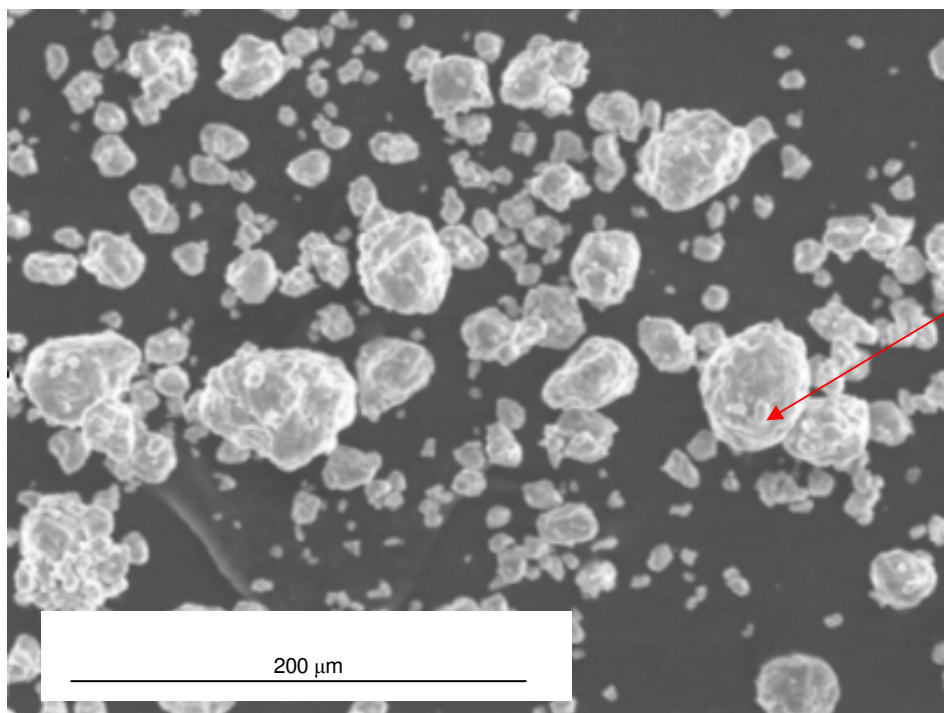


Fig. 8.17.3. Molienda Fe-Al 32 horas.





Se mantiene la forma redonda de las partículas de la molienda de 32 horas

Fig. 8.17.4. Molienda Fe-Al 40 horas.

En la secuencia de la Figura. 8.17, se pueden tener en cuenta las siguientes consideraciones:

Observaciones Figura. 8.17.1;

- Existen placas formadas por el apilamiento de partículas equiaxiales que probablemente tienen el mismo volumen que las partículas de polvo iniciales. El diámetro de estas partículas es de aprox. 200 μm mientras que el de las partículas iniciales estaba comprendido entre las 45 μm y 75 μm .
- También se observa como van apareciendo fisuras en los bordes que provocaran más adelante su fragmentación.
- La distribución del tamaño de los polvos no varía drásticamente.



Observaciones Figura. 8.17.2;

- No existen fisuras en los polvos de mayor tamaño como en la anterior secuencia, debido probablemente a la fragmentación de los polvos originales.
- Aparición de fragmentos provenientes de los polvos originales con tamaños de partícula menores.
- Las partículas de mayor tamaño siguen teniendo formas planas.

Observaciones Figura. 8.17.3;

- Afinamiento sustancial del tamaño de las partículas de aprox. 15 μm , siendo el tamaño de las partículas constante.
- Creciente homogeneidad en la forma de las partículas siendo redondas y ovaladas.

Observaciones Figura. 8.17.4;

- Se mantiene la forma redonda de la molienda anterior de 32 h.
- El tamaño de la partícula, referido a la molienda anterior mantiene el tamaño de aprox. 15 μm .

También se ha utilizado una técnica con el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) de electrones retrodispersados para conseguir contraste en la imagen y poder diferenciar el Fe del Al y sus fases.

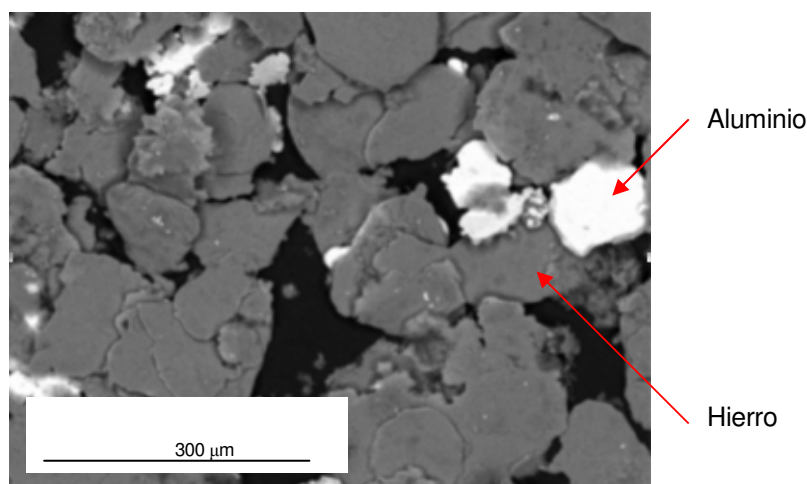


Fig. 8.18.1. Molienda 8 horas.



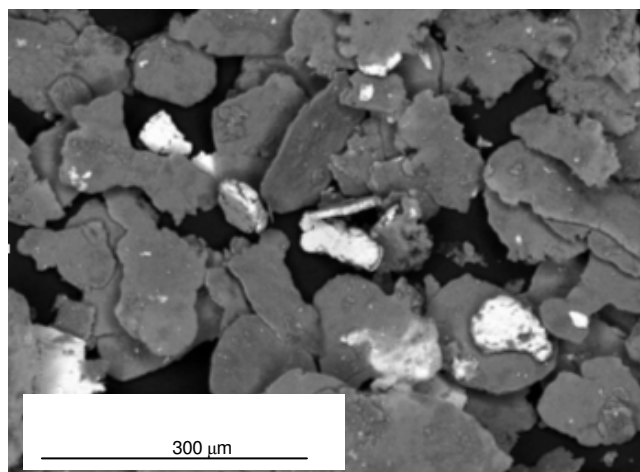


Fig. 8.18.2. Molienda 16 horas.

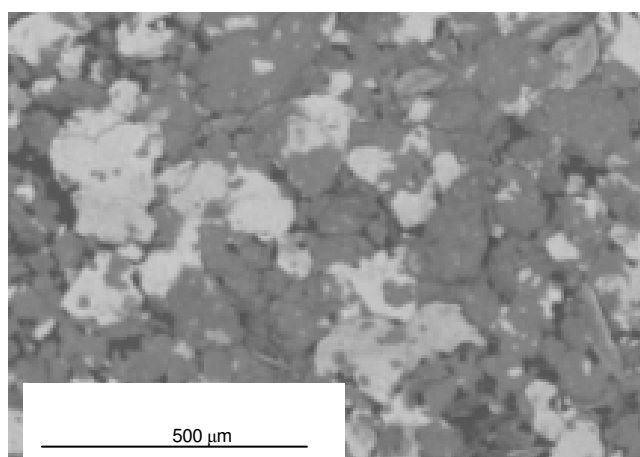


Fig. 8.18.3. Molienda 24 horas.

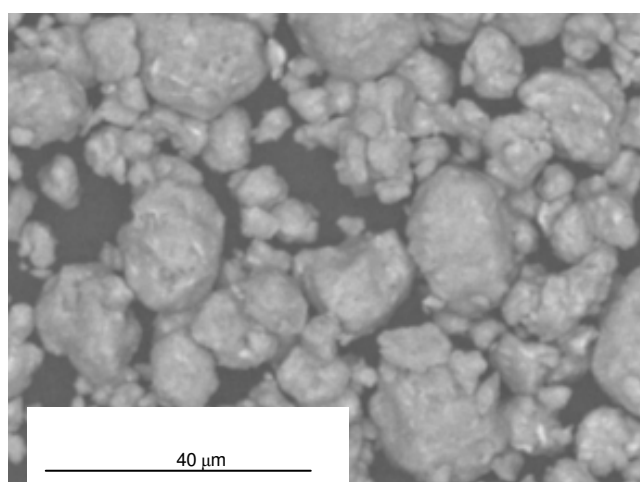


Fig. 8.18.4 Molienda 32 horas.



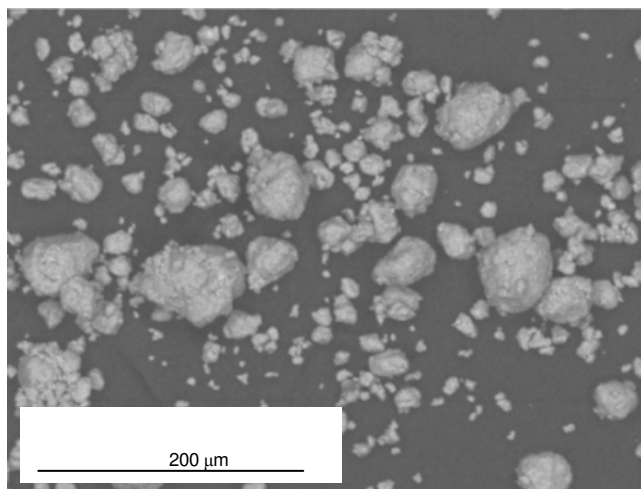


Fig. 8.18.5. Molienda 40 horas.

En la secuencia de la Figura. 18, se pueden tener en cuenta las siguientes consideraciones:

- Existe una evolución en las moliendas de 8, 16, 24 y 32 y 40h en donde se puede apreciar como a lo largo de los diferentes tiempos de molienda existe una evolución que permite suponer que el Al se ha ido introduciendo dentro del Fe ya que el contraste de los electrones retrodispersados permiten observar los diferentes contrastes entre dos fases que en la secuencia de las Figuras. 8.18.6 y 8.18.5 ya no se puede observar.
- En las moliendas de 8 y 16 horas se puede observar como existen partículas aisladas con un contraste de imagen claramente diferente, mientras que para la muestra de 32 horas existen señales brillantes difíciles de percibir que para la muestra de 40 horas ya no se observan.

Por otro lado de la Figura. 8.18.5 de 40 horas de molienda se ha realizado un análisis de EDX en superficie para observar el grado de oxidación de la muestra.



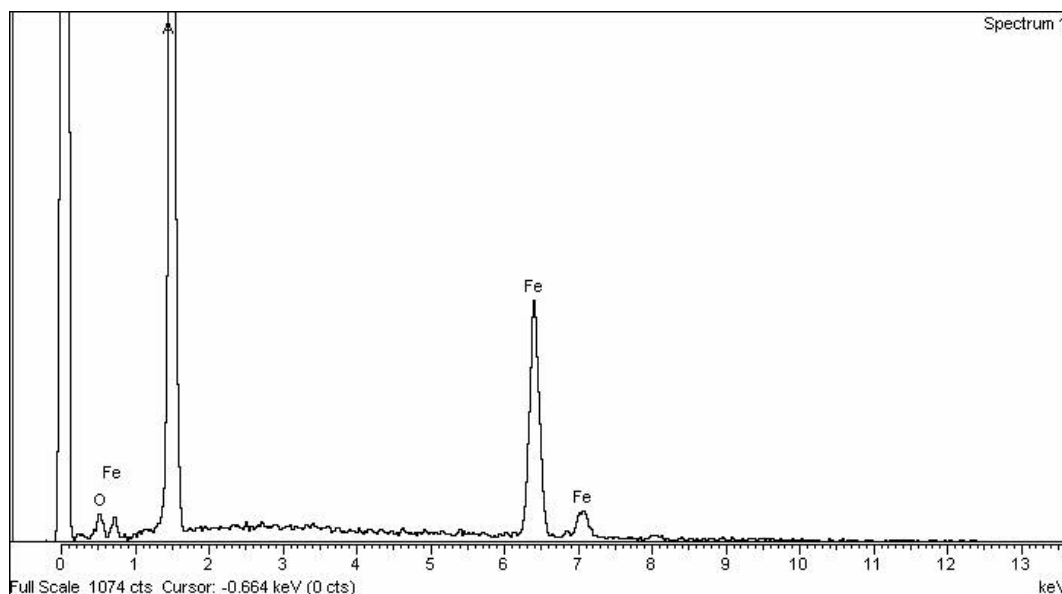


Fig. 8.19. Análisis EDX para la muestra de 40h.

Del análisis EDX de la Figura. 8.19 se puede sacar la siguiente conclusión.

Del análisis en superficie se han sacado los siguientes datos de la composición en peso que indicaría que estamos dentro del rango de los intermetálicos según el diagrama de equilibrio de la Figura. 5.1:

Al $59,63 \pm 0,15$ % aprox. 60 %

Fe $40,38 \pm 0,15$ % aprox. 40 %

También hay que destacar que la muestra no está oxidada pero hay un poco de oxígeno en la superficie de forma parecida al polvo analizado de origen que se muestra en las Figura. 7.1 y 7.2.

8.5. Difracción de Rayos -X

Para determinar en que medida se ha conseguido una mezcla homogénea de polvo Fe-Al se ha decidido realizar, al mismo tiempo que se han realizado las moliendas, un estudio de difracción de Rayos-X para las diferentes muestra de las moliendas de 0, 8, 16, 32 y 40 horas tal y como se muestra en la Figura. 8.20.

Las difracciones se han realizado utilizando el método del polvo cristalino con una longitud de onda $\lambda=0,150$ nm y un rango angular 2θ de 15 a 120° .



Para la interpretación de los difractogramas de Rayos-X se han tenido en cuenta las siguientes consideraciones;

Ley de Bragg: $n\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta$ (8.1)

Distancia interplanar para celdas cúbicas: $d_{hkl} = a_0 / (h^2 + k^2 + l^2)$ (8.2)

Reflexiones Redes de Bravais Fe (bcc): $(h+k+l) = \text{pares}$

Reflexiones Redes de Bravais Al (fcc): (h,k,l) todas pares o todas impares

Además también se han considerado los parámetros de la tabla siguiente;

Fe	(hkl)	110	200	211	220	310	222	321
	d_{hkl} (Å)	2,020	1,430	1,170	1,010	0,900	0,820	0,760
Al	(hkl)	111	200	220	311	222	400	331
	d_{hkl} (Å)	2,338	2,024	1,421	1,221	1,169	1,012	0,929

Tab. 8.2. Índices de Miller y distancias interplanares para el Fe y el Al.

Del difractograma del de la Figura. 8.20, se pueden sacar las siguientes consideraciones generales para la moliendas de 8, 16, 32 y 40 horas:

- Todos los picos de Fe tienen en la misma posición picos de Al pero con diferentes índices de Miller. Las posiciones 2θ de los picos para el Fe y el Al son: 38.3, 44.4, 65.0, 77.8, 82.3, 99.0, 112.0, etc.
- Para analizar si realmente evolucionan las muestras hay que tener en cuenta el área bajo la curva de los difractogramas.
- Un hecho que se puede observar claramente es que el tamaño de grano del Al, como por ejemplo el pico (111), es menor y se va afinando ya que la anchura del pico aumenta.
- Sí ampliamos el pico de Fe (110), podríamos llegar a ver los dos contribuciones, de Fe y Al.
- Cuando el Fe tiene tamaño de grano muy pequeño, puede tener el fenómeno de microsegregación y las intensidades pueden estar falseadas.



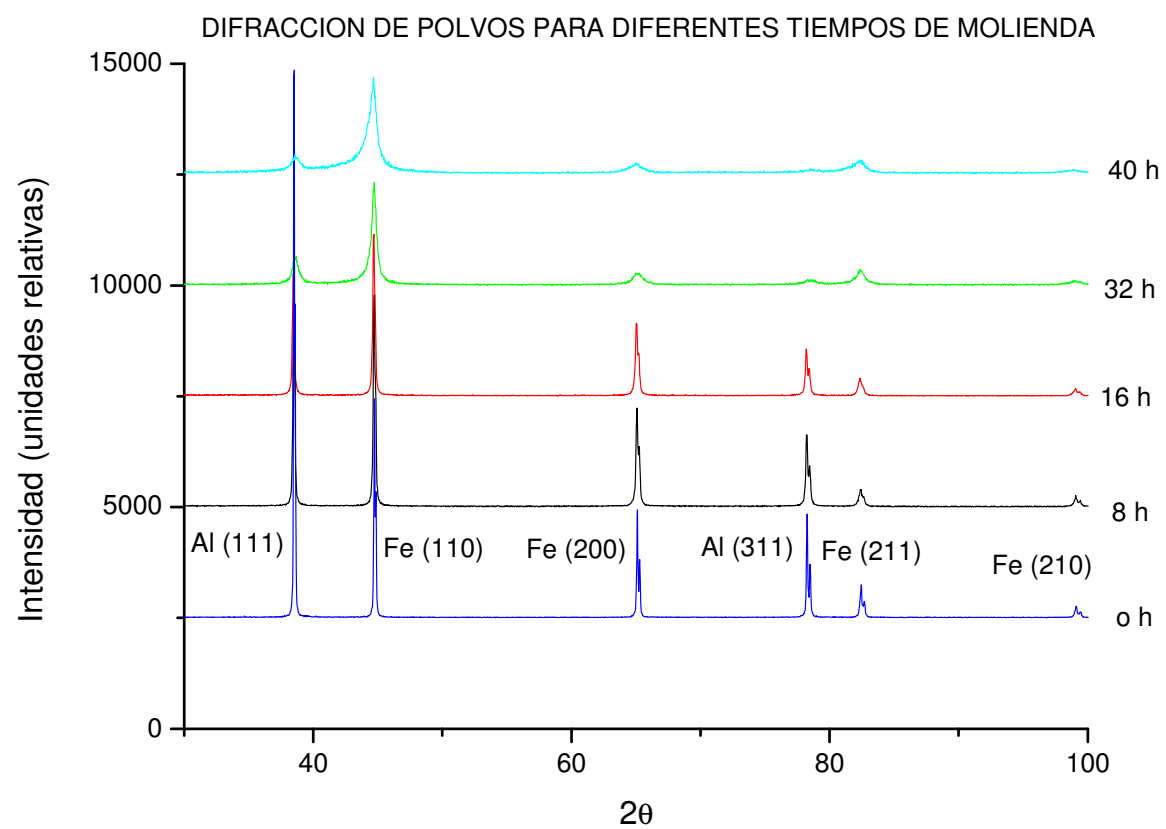


Fig. 8.20. Difracción de las muestras de polvo Fe-Al.

Igualmente para las moliendas de 0, 8, 16, 32 y 40 se pueden sacar las siguientes consideraciones:

1. Para la molienda de 0 horas;

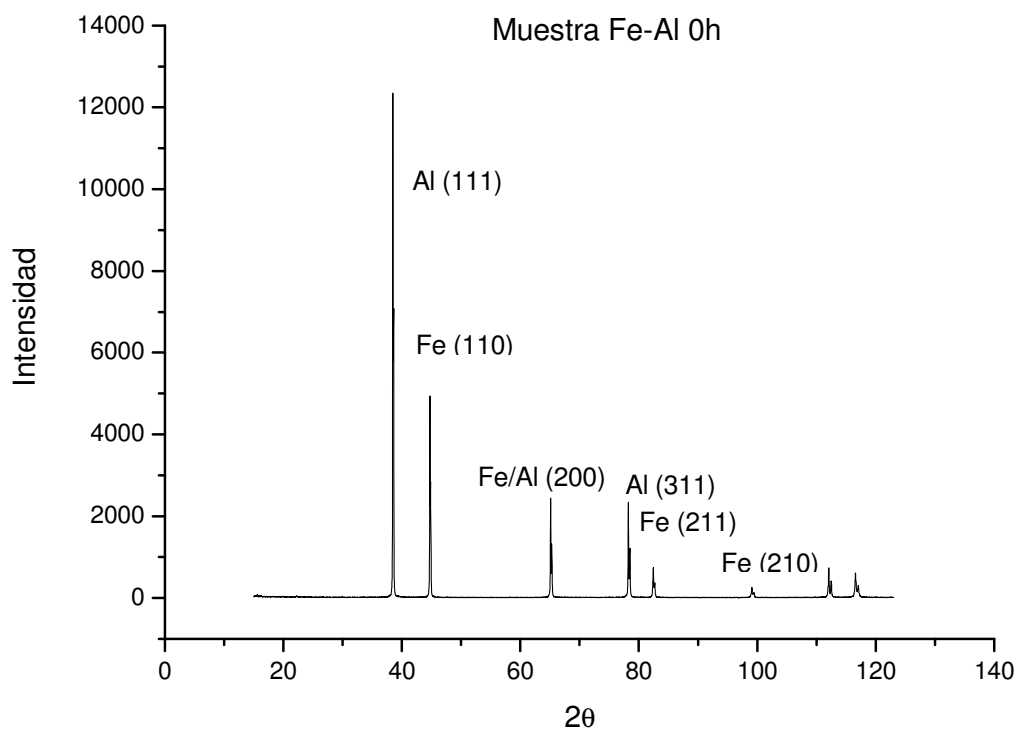


Fig. 8.21. Muestra de Fe-Al y molienda de 0 horas.

- Solo se observan los picos de Fe (bcc) y Al (fcc) cúbicos de las fases originales.
- No se observan fases de compuestos intermetálicos.
- Se observan las intensidades más altas y los picos más estrechos que las moliendas de 8, 16, 32 y 40 horas.



2. Para la molienda de 8 horas;

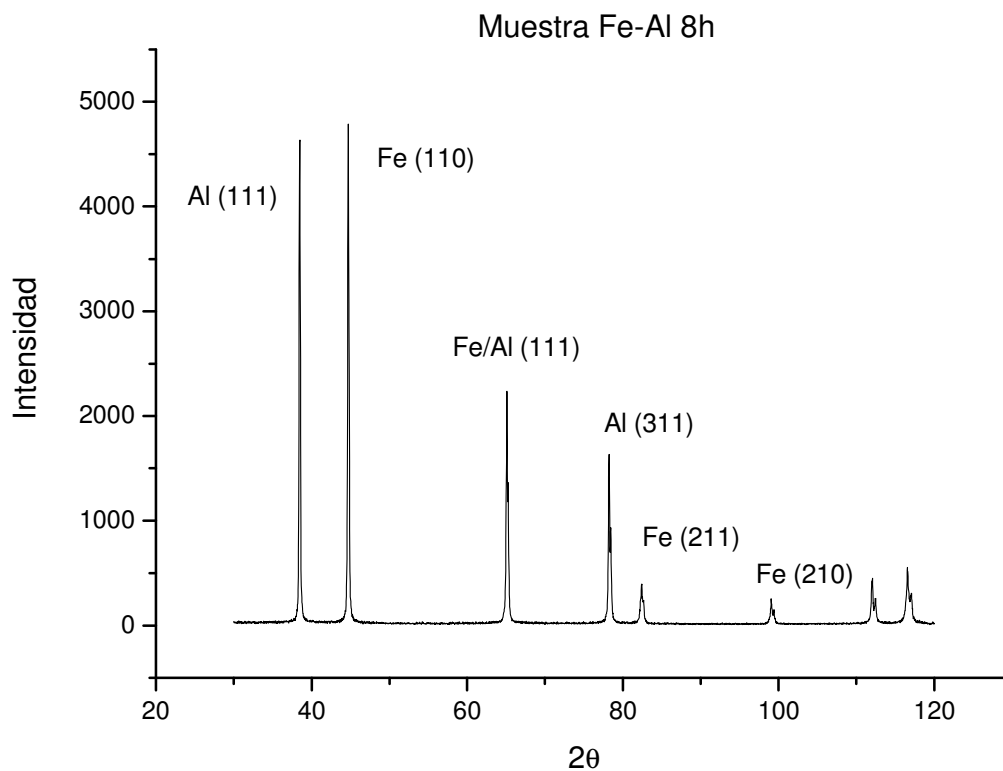


Fig. 8.22. Muestra de Fe-Al y molienda de 8 horas.

- La contribución de los picos de la fase Al(fcc) disminuye respecto a la del Fe(bcc). Este efecto no es drástico.
- Se observan los picos de Fe(bcc) y Al(fcc) cúbicos de las fases originales.
- No se observan fases de compuestos intermetálicos.
- La posición de los picos 2θ no ha variado.
- Las intensidades han disminuido respecto a la molienda de 0 horas.



3. Para la molienda de 16 horas;

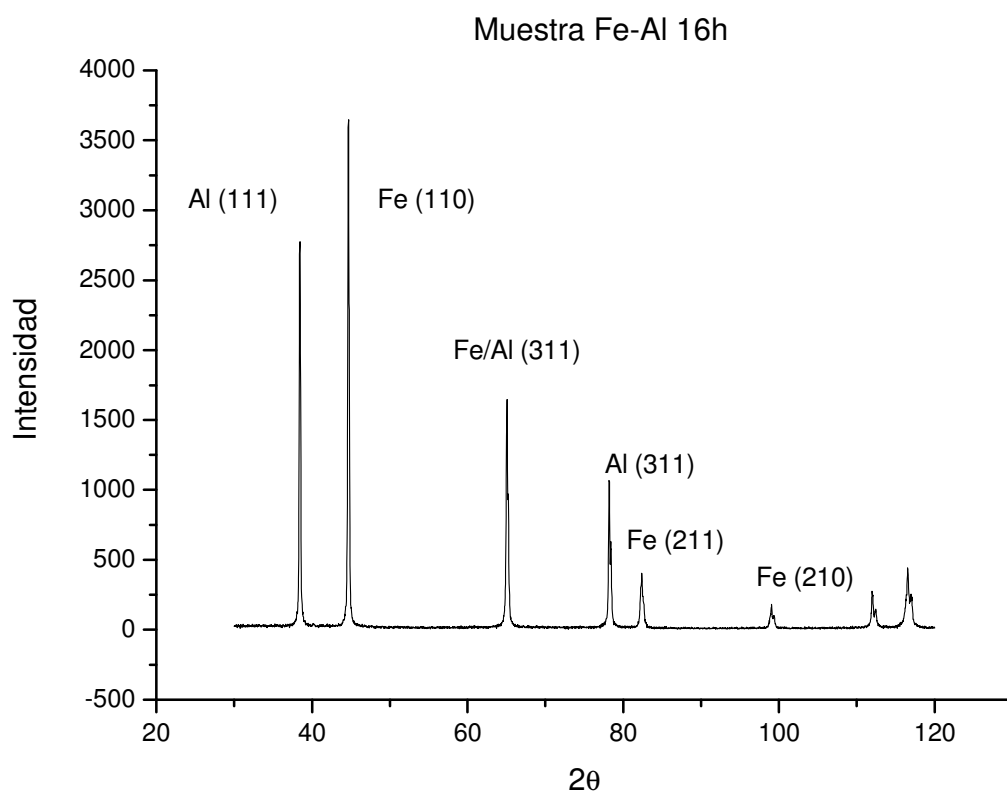


Fig. 8.23. Muestra de Fe-Al y molienda de 16 horas.

- La contribución de los picos de la fase Al (fcc) disminuye respecto a la del Fe(bcc). Este efecto es claro pero no drástico.
- No se observan fases de compuestos intermetálicos.
- La posición de los picos 2θ no ha variado.
- Las intensidades han disminuido respecto a las moliendas de 0 y 8 horas.



4. Para la molienda de 32 horas;

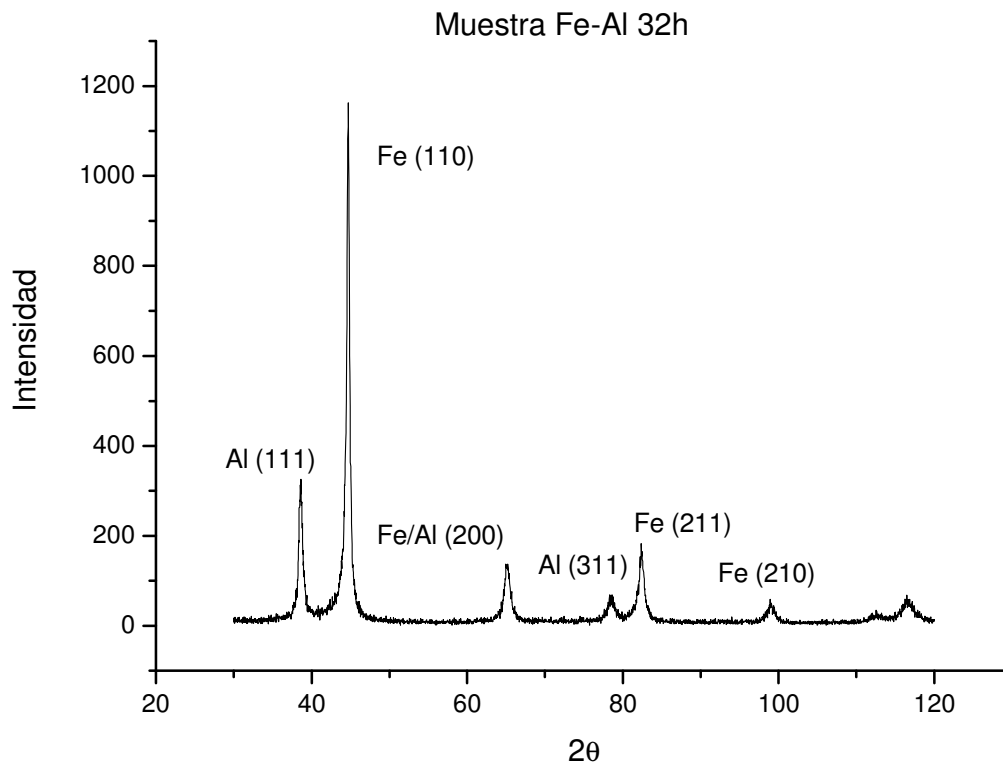


Fig. 8.24. Muestra de Fe-Al y molienda de 32 horas.

- La contribución de los picos de la fase Al(fcc) disminuye respecto a la del Fe(bcc), esto parece que también pasa en las moliendas de 8 y 16 horas pero no es significativo. Este efecto es claro pero no drástico.
- La fase Al(fcc) no desaparece ni disminuye dramáticamente.
- Los picos se ensanchan con lo que el tamaño de grano es más fino que en las moliendas de 0, 8 y 16 horas.
- La posición de los picos 2θ no ha variado.
- Las intensidades han disminuido respecto a las moliendas de 0, 8, y 16 horas.



5. Para la molienda de 40 horas.

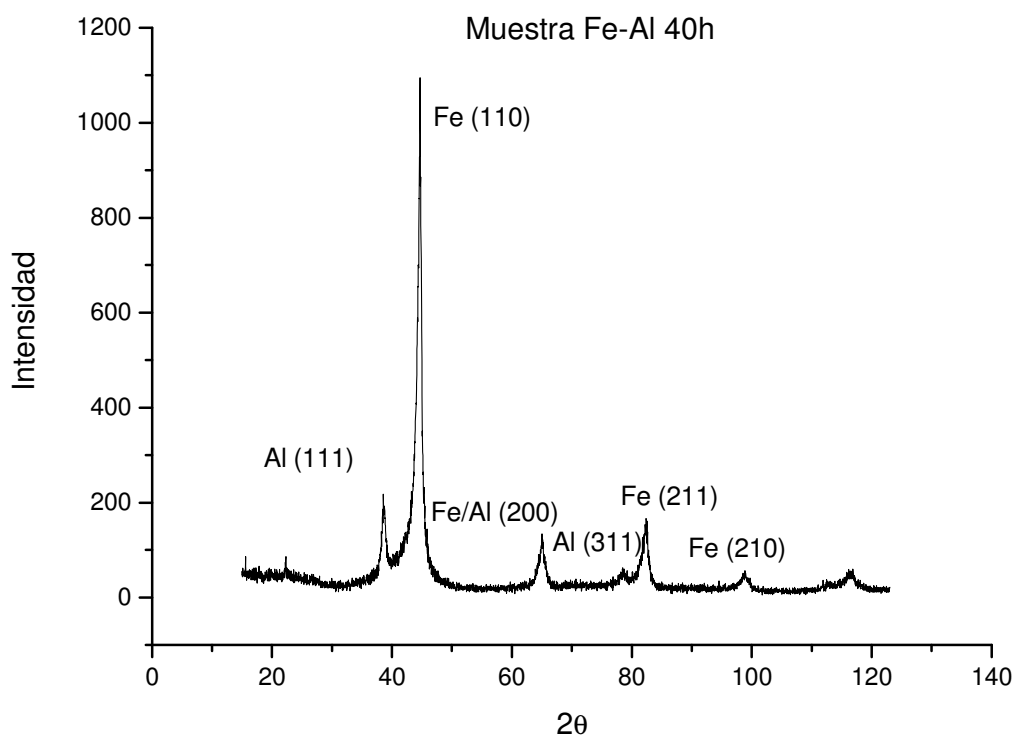


Fig. 8.25. Muestra de Fe-Al y molienda de 40 horas.

- La contribución de los picos de la fase Al(fcc) disminuye respecto a la del Fe(bcc), esto parece que también pasa en las moliendas de 8, 16, y 32 horas. Este efecto parece ser más claro con lo que el Fe y el Al se han mezclado homogéneamente, en una primera aproximación.
- La posición de los picos 2θ no ha variado.
- Las intensidades han disminuido respecto a las moliendas de 0, 8, 16, y 32 horas.
- No aparecen fases nuevas de Fe (bcc) y Al (fcc).
- Sigue sin aparecer intermetálico, hay solución sólida.

Por otro lado se ha podido observar como evolucionaba la intensidad del pico de Al (111) a lo largo de las moliendas de 0, 8, 16, 24, 32, y 40h.



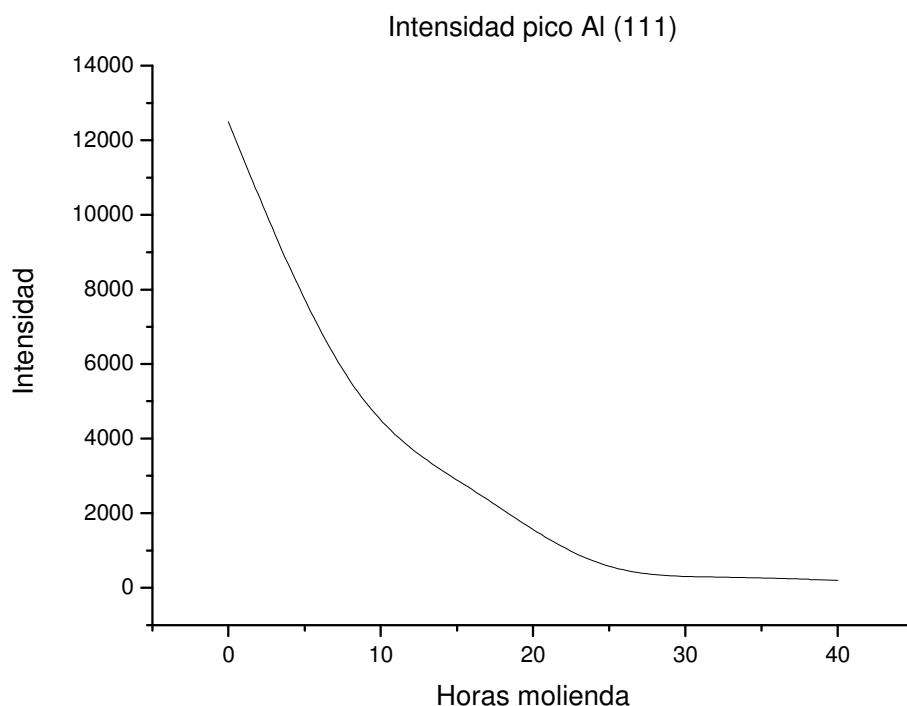


Fig. 8.26. Evolución de la intensidad del pico Al (111) a diferentes tiempos de molienda.

De la Figura. 8.26 se pueden tomando las consideraciones siguientes;

- A lo largo de las diferentes moliendas la intensidad del pico Al (111) ha ido disminuyendo de forma considerable en un 98,4 % desde una intensidad de 12500 a sólo 200.
- Para reducir más el pico de Al (111), habría que hacer moliendas mucho más largas sin una apreciable disminución del pico para obtener una mezcla de Fe-Al más homogénea.
- Se ha considerado aceptable la muestra de 40 horas de molienda para fabricar las probetas mediante el proceso de compactación y sinterización para obtener el intermetálico.



8.6. Producción de polvo Fe-Al

Con los datos obtenidos en los diferentes ensayos realizados, Microdureza, Microscopio Electrónico de Barrido y Difracción de Rayos-X, se ha decidido realizar diferentes moliendas M9, M10, M11, M12 y M13 de 40 horas para obtener la cantidad necesaria de polvo para la producción de probetas.

Para la molienda M12 se ha realizado el cálculo del rendimiento del molino que ha sido de;

$$\text{Bote A } (3,731 / 6) \text{ gr} \times 100 = 62,18 \%$$

$$\text{Bote B } (3,793 / 6) \text{ gr} \times 100 = 63,21 \%$$

Por tanto con todas las moliendas de 40 h se ha obtenido, aproximadamente;

$$10 \times 3,7 \text{ gr.} = 37 \text{ gr. de polvo Fe-Al.}$$



9. PRODUCCIÓN DE PROBETAS Fe-Al

9.1 Máquina de compactación

Para fabricar las probetas de Fe-Al se han utilizado los polvos de las moliendas de 40 h producidas con el molino de bolas y se ha utilizado una máquina INSTRON , puesta a disposición del proyecto por el Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica de la Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial de Barcelona.

La máquina consta de una consola de control y una estructura donde van instaladas las mordazas. En las mordazas se ha acoplado un molde con las dimensiones de las probetas que se ha considerado oportuno fabricar.

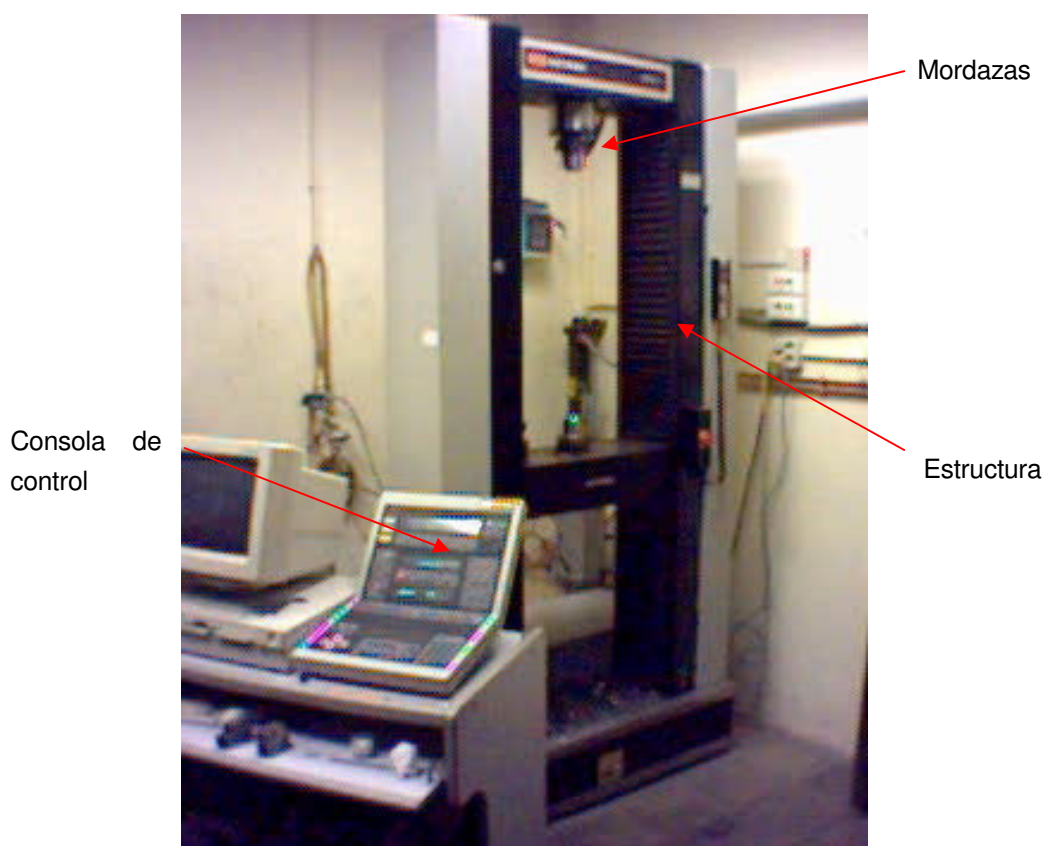


Fig. 9.1. Máquina INSTRON utilizada para los ensayos de compactación.



9.2. Probetas Fe-Al

En la fabricación de probetas de Fe-Al, se ha decidido realizar probetas compactadas con un diámetro de 9,2 y 5 mm de altura aproximadamente que corresponden a las dimensiones del molde de la máquina INSTRON de compactación.

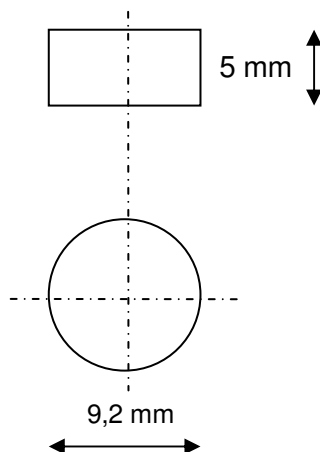


Fig. 9.2. Dimensiones de las probetas de compactación.

Para la fabricación de las probetas se ha hecho una estimación de la cantidad en peso de polvo que se requería para obtener las dimensiones deseadas y posteriormente se han fabricado las probetas con los moldes correspondientes.

$$\rho_{Al} = 2,7 \text{ g/cm}^3$$

$$\rho_{Fe} = 7,87 \text{ g/cm}^3$$

$$M_{Fe} = 2,718 \text{ g}$$

$$M_{Al} = 3,282 \text{ g}$$

$$M_f = 6 \text{ g}$$

$$V = (\pi D^2)/4 h = 0,332 \text{ cm}^3$$

$$(M_{Fe} \rho_{Fe}) + (M_{Al} \rho_{Fe}) = M_f \rho_f \quad (9.1)$$

Sustituyendo en (9.1);

$$\rho_f = 5,042 \text{ g/cm}^3$$

$$M_{probeta} = 5,042 \text{ g/cm}^3 \times 0,332 \text{ cm}^3 = 1,673 \text{ g}$$



Para la compactación de las probetas se han utilizado un molde que consta de una matriz un punzón y un contrapunzón.

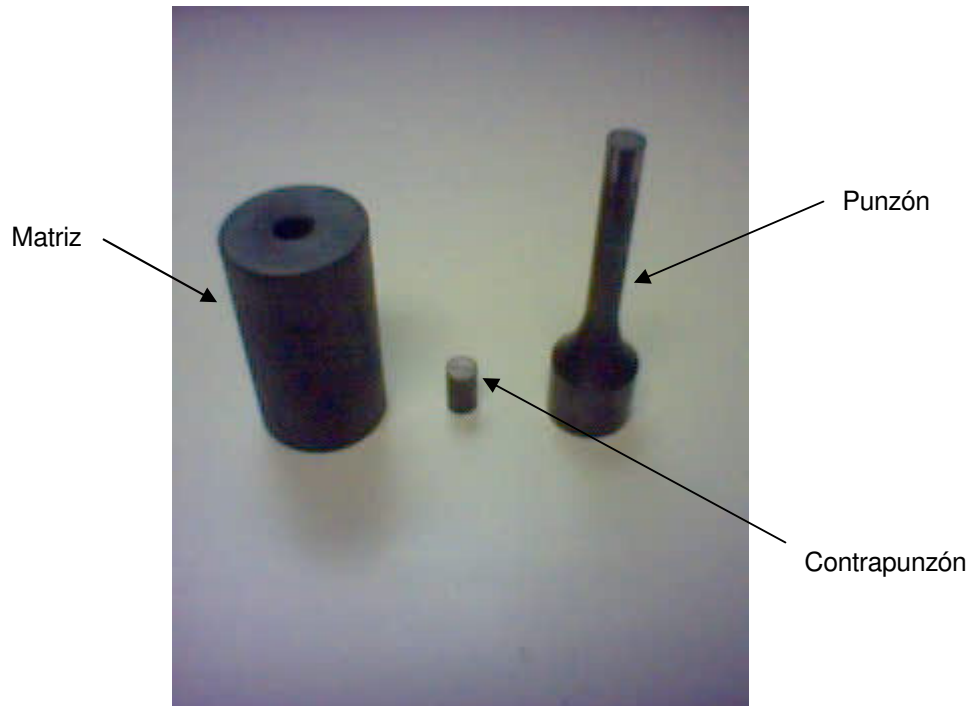


Fig. 9.3. Molde utilizado para los ensayos de compactación

El procedimiento utilizado ha sido colocar el punzón dentro de la matriz y rellenar la propia matriz de polvo Fe-Al. Posteriormente se ha alojado el contrapunzón por el otro extremo de la matriz dejando el polvo atrapado ente el punzón y el contrapunzón.

Una vez preparado el molde se ha llevado a la máquina INSTRON para realizar las diferentes compactaciones.

9.3. Compactación en frío

Para las compactaciones se han programado curvas de aplicación de la carga en dos bloques.

El primer bloque llega a un valor de fuerza F [Newtons] aplicada a una velocidad [N/min] de manera lineal, mientras que el segundo bloque mantiene la fuerza durante un tiempo [seg].

Las compactaciones realizadas quedan resumidas en la Tab.9.1.



Nº Orden	Peso [g]	Molienda	Fuerza compresión [Tn]	Presión [Mpa]	Velocidad aplicación [N/min]
1	1,674	10A	4	590	3000
2	1,684	10A	6	885	3000
3	1,679	10B	7	1032	3000
4	1,689	10B	6	885	3000
5	1,673	11A	6	885	3000

Tab. 9.1. Compactación de probetas realizadas.

En la realización de los ensayos se ha empezado por una fuerza de compresión de 4 Tn y se ha incrementado posteriormente a 6 y 7 Tn debido a que una mayor fuerza de aplicación hace suponer una mayor compactación de polvo manteniendo el tiempo de mantenimiento de la fuerza a 120 seg.

Se ha podido comprobar como un mayor tiempo de mantenimiento no ha incrementado la compactación después de 120 seg de aplicación de la fuerza de manera apreciable y que una fuerza de 7 Tn era demasiado importante ya que las probetas han salido defectuosas.

Por este motivo se ha decidido fabricar tres compactaciones de 6 Tn de fuerza de compactación y un tiempo de mantenimiento de 120 seg.

9.5 Sinterizado

Para realizar el sinterizado se ha utilizado un horno de resistencias eléctricas y se han introducido las probetas a diferentes temperaturas 850, 900 y 950 °C durante una hora en una atmósfera controlada de gas Argón para evitar la oxidación.

Nº Orden compactación	Temperatura [°C]	Tiempo [min]
2	850	60
4	900	60
5	950	60

Tab. 9.2. Temperaturas y tiempos utilizados en la sinterización para cada una de las probetas.



10. CARACTERIZACIÓN DE LAS MUESTRAS

10.1. Difracción de Rayos - X para las muestras sinterizadas

A partir de la Difracción de Rayos-X, se pretende determinar la formación del intermetálico buscado Al_5Fe_2 . Para ello se han realizado las difracciones para las muestras sinterizadas a las temperaturas de 850, 900 y 950 °C.

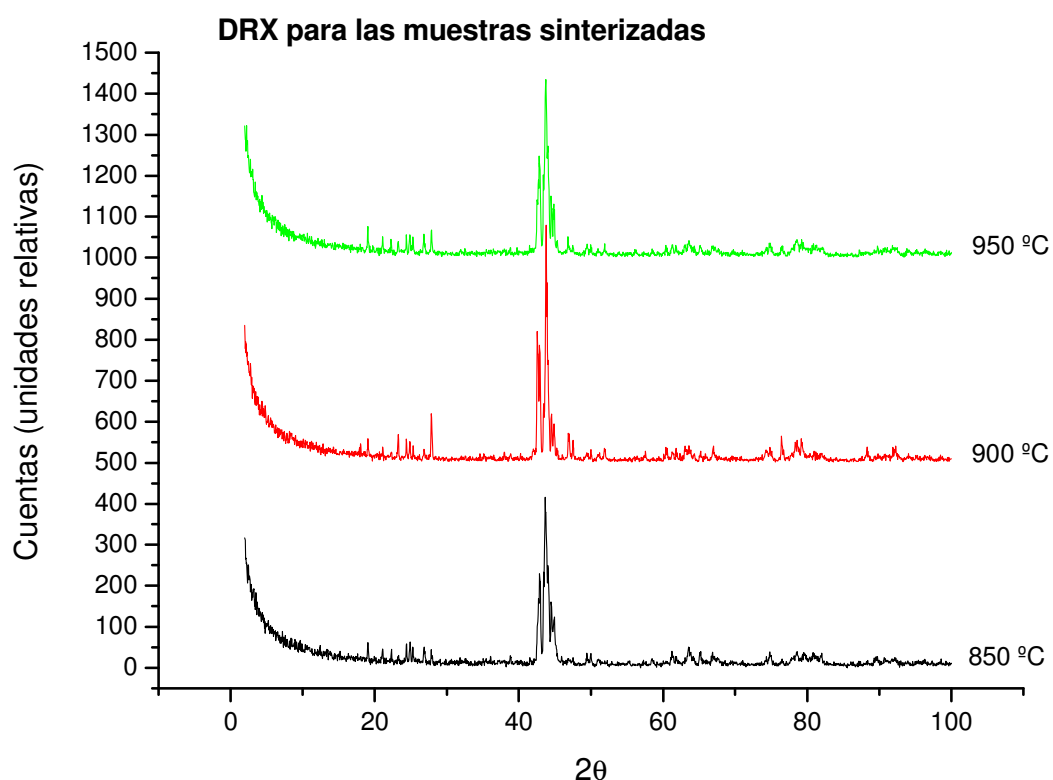


Fig. 10.1. Difractogramas de las probetas sinterizadas a 850, 900 y 950 °C.

- De las difracciones obtenidas se puede suponer que la temperatura de 850, 900 y 950 °C durante la sinterización, tiene una influencia mínima.
- El difractograma ha cambiado considerablemente, comparado con las muestras de polvo sin sinterizar y aparecen nuevas fases en donde no existen las fases del Fe ni Al puros.



Las difracciones, se han comparado con fichas de difractogramas caracterizados en una base de datos de nivel mundial "International Center for Difraccition Data" y se han obtenido las fichas de Al_5Fe_2 (47-1435) y Fe-Al_2 (34-0570).

Las reflexiones para las fichas encontradas se resumen en el cuadro siguiente:

Al_5Fe_2 (47-1435)		FeAl_2 (34-0570)	
2 θ	Intensidad	2 θ	Intensidad
18,033	50	22,433	10
23,235	50	24,434	22
27,848	80	24,921	35
35,121	5	26,831	10
37,948	15	26,997	5
42,552	100	32,655	5
42,863	80	38,957	10
43,797	100	41,463	15
43,942	80	42,823	60
46,852	50	43,037	65
47,512	15	43,472	40
49,222	10	43,781	100
51,881	80	44,141	55
56,094	5	44,576	45
57,447	15	44,926	25
57,573	15	-	-
60,44	50	-	-
62,365	5	-	-
62,811	5	-	-
63,039	50	-	-
65,874	15	-	-
66,978	50	-	-

Tab. 10.1. Reflexiones para los intermetálicos Al_5Fe_2 (47-1435) y Fe-Al_2 (34-0570)

A continuación se muestra el difractograma completo para la muestra sinterizada a 900 °C con las posiciones 2 θ de los intermetálicos encontrados.



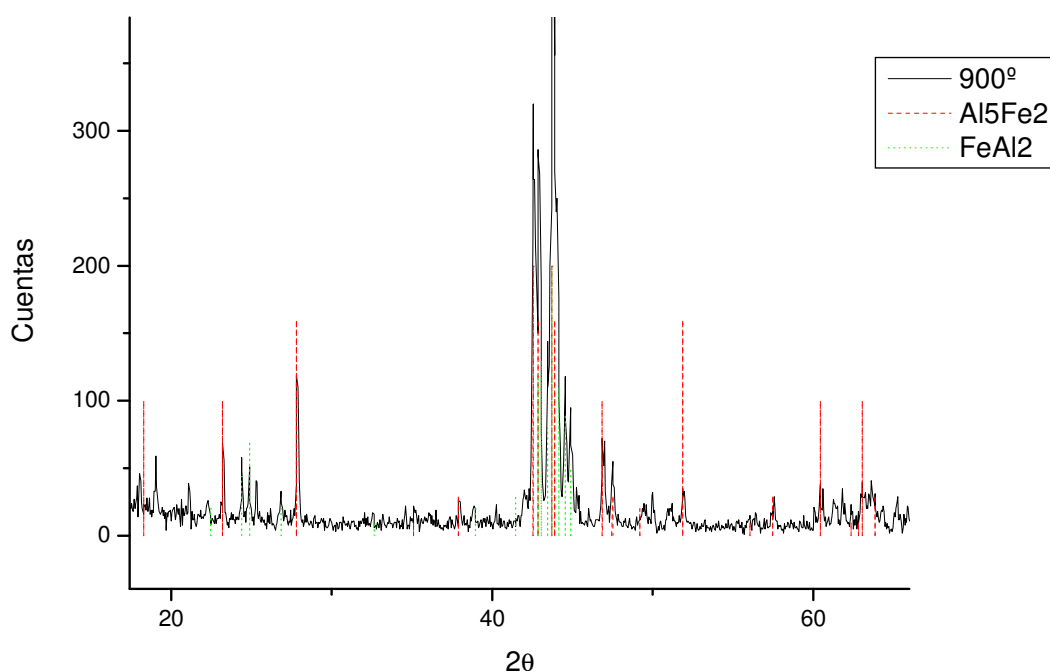


Fig. 10.2. Difractograma de la probeta sinterizada a 900 °C comparada con las fichas de Al₅Fe₂ (47-1435), Fe-Al₂(34-0570).

- La comparación con las fichas de Al₅Fe₂ (47-1435) y Fe-Al₂ (34-0570) parece indicar la existencia de estas fases, aunque también podría haber más productos distintos.
- La ficha Fe-Al₂ (34-0570), nos indica que es la fase mayoritaria respecto a la fase Al₅Fe₂
- Algunos picos esperados de las fichas de Al₅Fe₂ (47-1435) y Fe-Al₂ (34-0570), son de más intensidad, con lo que podríamos esperar que a mayor tiempo de sinterización la intensidad de algún pico creciera.

Para poder observar la posición de las intensidades 2θ de más intensidad de las fichas encontradas se han realizado los siguientes gráficos de las Figuras. 10.3, 10.4 y 10.5:



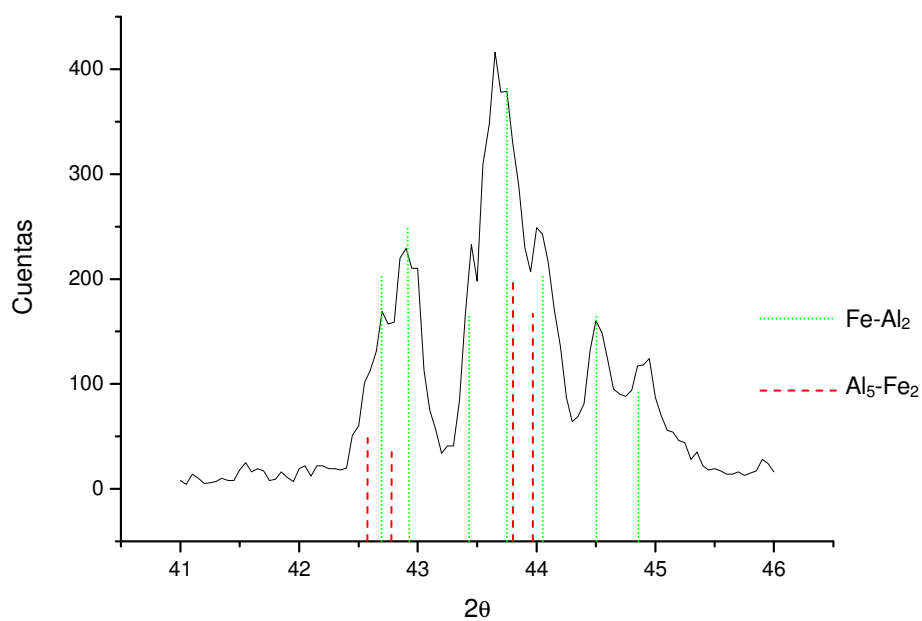


Fig. 10.3. Ampliación de los picos de mayor intensidad para la muestra de 950 °C

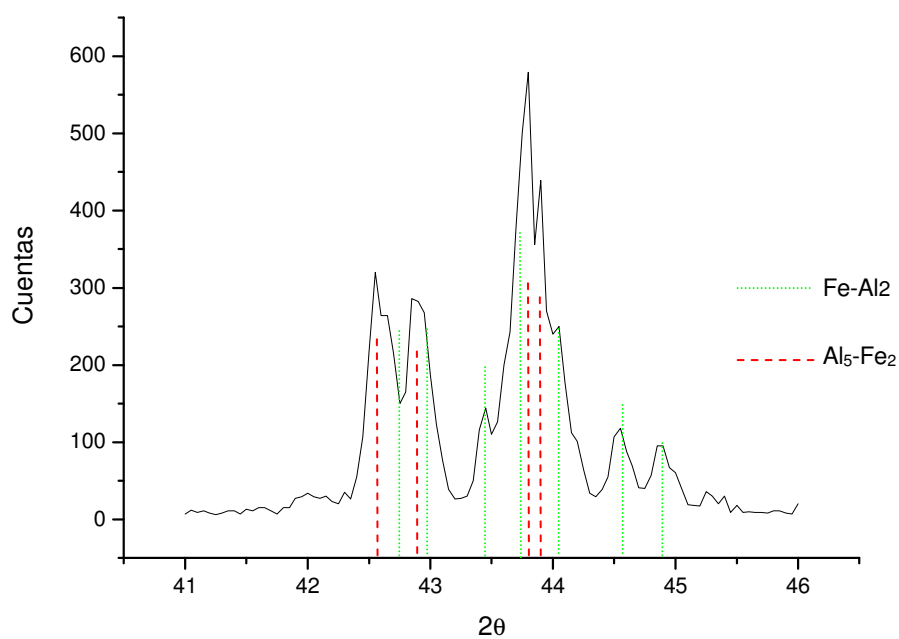


Fig. 10.4. Ampliación de los picos de mayor intensidad para la muestra de 900 °C



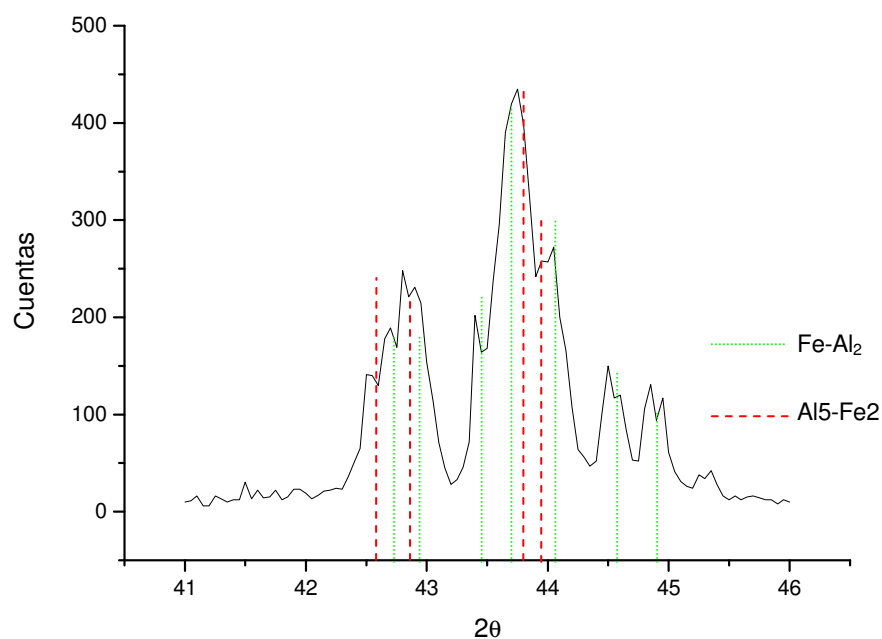


Fig. 10.5. Ampliación de los picos de mayor intensidad para la muestra de 850 °C

De la observación de los gráficos de las Figuras. 10.3, 10.4 y 10.5 para las diferentes temperaturas de sinterización se pueden sacar las siguientes observaciones:

- Para los picos de más intensidad, comprendidos entre 2θ entre 41 y 46 las muestras sinterizadas a 850 y 950 °C parecen ser más parecidas entre ellas que la de 900 °C.
- La muestra sinterizada a 900 °C parece ser la que más se ajusta a las intensidades de los picos encontrados para las difracciones de las fichas de Al_5Fe_2 (47-1435) y Fe-Al_2 (34-0570).
- No existe una exactitud completa entre los picos de las intensidades de las fichas $\text{Al}_5\text{-Fe}_2$ (47-1435) y Fe-Al_2 (34-0570) debido a que algunos picos pueden estar desplazados a la derecha o a la izquierda aprox. $\pm 0,05$ de 2θ , debido a la calibración de los equipos y al material difractado en que se hicieron las difracciones, en su día.
- Los resultados obtenidos, nos permiten identificar, a que pico corresponden las intensidades esperadas según las fichas de $\text{Al}_5\text{-Fe}_2$ (47-1435) y Fe-Al_2 (34-0570).



10.2. Porosidad de las probetas sinterizadas

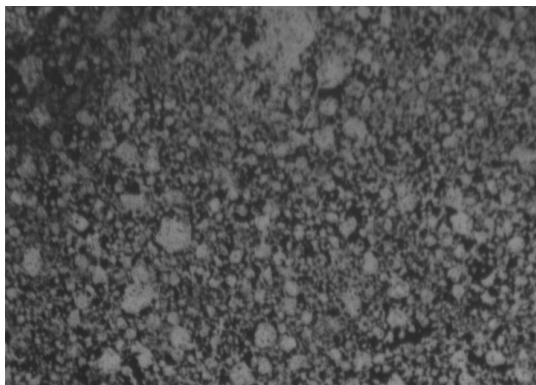
Para verificar la baja densidad calculada en anteriores apartados, se ha decidido encastar y pulir las probetas para observarlas en el microscopio y observar la porosidad de las mismas.

Para encastar las muestras en baquelita, se ha seguido el mismo procedimiento descrito para el polvo de Fe y Al en las diferentes moliendas. De igual manera, el pulido se ha efectuado con un desbaste inicial con un papel de vidrio desde las 320, 400 y 600 μm de rugosidad, puliendo posteriormente con pasta de diamante de 6 hasta 1 μm . Para poder hacer las observaciones en el microscopio analizador de imágenes, se ha dejado la superficie a observar con un aspecto especular de la superficie.

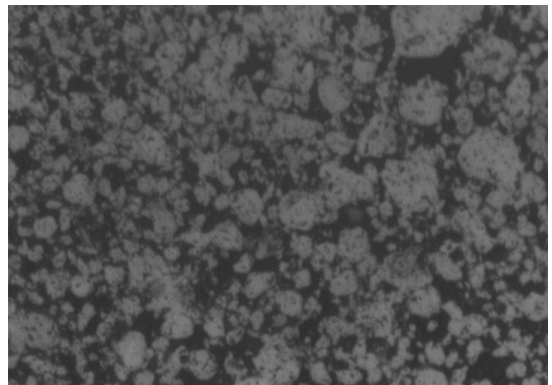
Para las tres probetas sinterizadas a 850, 900 y 950 $^{\circ}\text{C}$ del intermtálico, se han tomado dos imágenes distintas con 200 y 500 aumentos mostradas en las Fig. 10.6.1, 10.6.2 y 10.6.3. De las observaciones se pueden tomar las siguientes apreciaciones;

- Existe una gran porosidad para las tres muestras sinterizadas a 850 900 y 950 $^{\circ}\text{C}$.
- La muestra sinterizada a 850 $^{\circ}\text{C}$ parece tener una porosidad más continua que las muestras de 900 y 950 $^{\circ}\text{C}$.
- La muestra de 900 $^{\circ}\text{C}$ tiene zonas más compactas y zonas con un tamaño de poro mayor que la muestra sinterizada a 850 $^{\circ}\text{C}$.
- Para la muestra de 950 $^{\circ}\text{C}$ las imágenes obtenidas no nos permiten tener suficientes elementos de juicio para obtener una observación válida ya que parece que ha existido algún parámetro durante la obtención de las compactaciones de las probetas, fuera de control. Los dos parámetros que influyen en la obtención de las muestras son la presión y el tiempo, observándose que para una determinada presión (6Tn), las compactación aumenta muy poco con el tiempo de aplicación de la fuerza, por tanto el parámetro más importante es la presión.
- El gran número de defectos (poros) encontrados en las probetas sinterizadas, parece indicar que el material no tendrá una gran resistencia mecánica.
- Finalmente, esta porosidad puede deberse a la incapacidad de las partículas para fundirse con otras partículas durante la etapa de compactado, dejando espacios vacíos entre ellas.



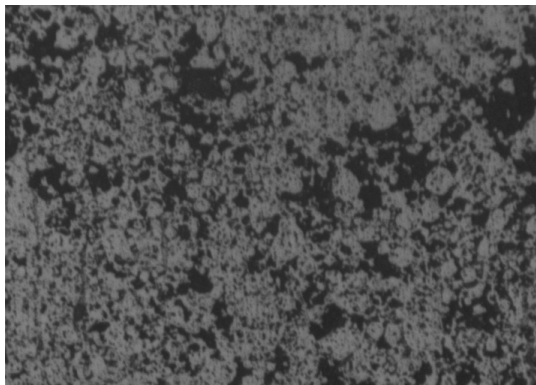


x 200

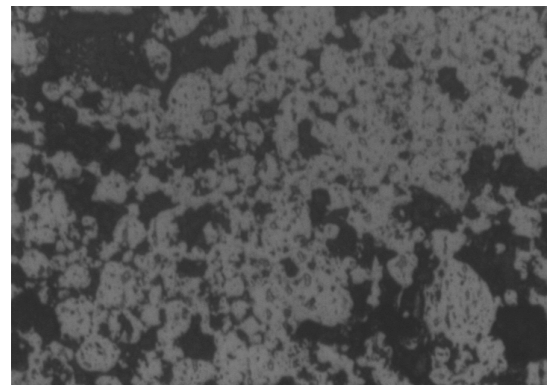


x 500

Fig. 10.6.1. Micrografía para la probeta de 850 °C

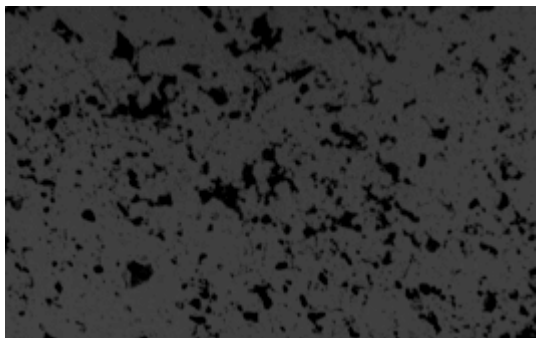


x 200

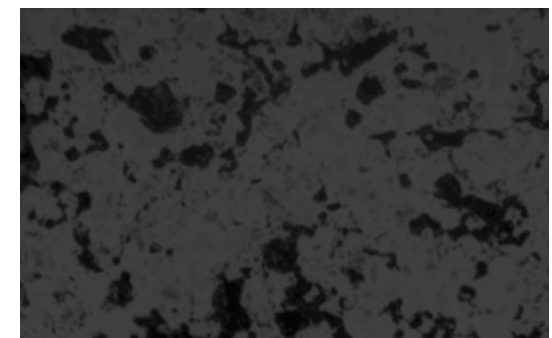


x 500

Fig. 10.6.2. Micrografía para la probeta de 900 °C



X200



X500

Fig. 10.6.3. Micrografía para la probeta de 950 °C



10.3. Dureza de las probetas sinterizadas

Para intentar definir si ha habido cambios en cuanto a la dureza de las muestras sinterizadas con el polvo de Fe y Al utilizado para realizar las sinterizaciones, se han realizado ensayos de microdureza para las tres probetas fabricadas a 850, 900 y 950°C.

Las microdurezas se han realizado en las caras pulidas utilizadas para hacer las observaciones de porosidad descritas en el apartado anterior.

Los resultados quedan resumidos en la Tabla. 10.2;

Microdurezas							
40 h Hv 0,01		850 °C Hv 0,200		900 °C Hv 0,200		950 °C Hv 0,01	
Media	Des.Est	Media	Des.Est	Media	Des.Est	Media	Des.Est
297,3	30,28	240,2	55,2	301,9	13,9	331,6	64,4

Tab. 10.2. Microdurezas de las muestras sinterizadas a diferentes temperaturas.

Teniendo en cuenta la porosidad obtenida en la probeta de 950 °C, se ha decidido, a diferencia de las muestras de 850 y 900 °C, realizar el ensayo de microdureza utilizando una fuerza de indentación de 10 gramos. Para las muestras de 850 y 900 °C la fuerza de indentación se ha sido de 200 gramos.

De los ensayos realizados se pueden sacar las siguientes observaciones;

- Aparentemente, se mantiene la dureza del polvo utilizado de las moliendas de 40 horas para fabricar las probetas o incluso tiende a aumentar, aunque debido a las desviaciones de las medidas no nos permite asegurar que este aumento haya sido real.
- El aumento de dureza es mayor a más temperatura, es decir a 950 °C la dureza parece haber aumentado más que en las sinterizaciones de 850 y 900 °C.



CONCLUSIONES

A partir de todos los ensayos realizados para el procesado y la caracterización de la aleación de $\text{Fe}_2\text{-Al}_5$ que se ha pretendido fabricar, se han podido obtener las siguientes conclusiones.

1. Los botes de molienda fabricados a partir de los originales, permiten el procesado de polvo Fe-Al sin introducir impurezas apreciables en el polvo final, afinando el tamaño de la partícula hasta aprox. 15 μm .
2. Es posible obtener mediante molienda mecánica, utilizando el molino "pulverisette 5" de la marca FRITSCH®, un aleado mecánico de los polvos de Fe-Al, después de 40 horas de molienda.
3. Después del prensado uniaxial de las muestras a 885 MPa durante 120 seg. se pueden obtener muestras en verde compactas, para realizar la sinterización.
4. Una sinterización en un rango de temperaturas comprendidas entre 850 y 950 °C permiten obtener una nueva fase totalmente diferente a las fases iniciales de Fe y Al obteniendo un producto intermetálico de $\text{Fe}_2\text{-Al}_5$ junto con otras fases.
5. El material obtenido de Fe-Al presenta un incremento de la dureza apreciable respecto a la de los materiales de partida.
6. En el proceso utilizado, existe una gran porosidad con lo que se consigue una gran disminución de peso, pero incrementa la probabilidad de la formación y propagación de grietas al existir gran cantidad de defectos interiores.



AGRADECIMIENTOS

Este proyecto no hubiera podido ser posible sin el apoyo de mi familia, la que me ha animado a continuar en las diferentes etapas y me ha prestado toda la ayuda necesaria.

Por otro lado, agradezco al Dr. José Maria Cabrera (Director Proyecto), por su dedicación y afán de obtener resultados que me han motivado durante el proyecto a trabajar en la dirección correcta y al Dr. Josep Antoni Benito, que ha sido de vital importancia en los ensayos del laboratorio, poniendo a mi disposición todos los recursos necesarios para trabajar.

Por último agradezco la ayuda prestada por todas aquellas personas que de forma desinteresada me han aconsejado y han participado de una forma u otra a llevar a cabo mis investigaciones.



BIBLIOGRAFÍA

Referencias bibliográficas

- [1] Aleado mecánico y prensado uniaxial del intermetálico Fe-Al + Mt (Mt = Ce, Ni y Li). Rodrigo Alonso Esperanza Muñoz. Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Instituto de Investigaciones Metalúrgicas.
- [2] Deformation behaviour of iron-rich iron-aluminium alloys at high temperatures. J. Herrman, G. Inden, G. Suthoff. *Acta Materialia* 51 (2003) 3233-3242.
- [3] Microstructure and room temperature strength of Fe-Al containing nanocrystalline oxide particles. M.A. Muñoz-Morris, C. Garcia Oca, D.G. Morris. *Acta Materialia* 51 (2003) 5187-5197.
- [4] Mechanical Alloying. Benjamin, J.S.. *Scientific America*, 234, (1976), 40.
- [5] The mechanism of mechanical alloying. Benjamin, J.S., Volin, T.E. *Metallurgical Transactions*, 5, (1974), 1929.
- [6] The effect of thermomechanical processing on the properties of Fe-40 at. %Al alloy. T. Sleboda, J. Kane, R.N. Wrigth, N.S. Stoloff, D. J. Duquette. *Materials Science and Engineering A368* (2004) 332-336.
- [7] Effect of niobium on microstructure and mechanical properties of high carbon Fe-10.5 wt.% Al alloys. R.G. Baligidad. *Materials Science and Engineering A368* (2004) 131-138.
- [8] Nanostructured Al -Fe alloys produced by e-beam deposition: static and dynamic tensile properties. T. Mukai, S. Suresh, K. Kita, H. Sasaki, N. Kobayashi, K. Higashi, A. Inoue. *Acta Materialia* 51 (2003) 4197-4208.
- [9] Creep behaviour of intermetallic Fe-Al and Fe-Al-Cr alloys. J. A. Jimenez, G. Frommeyer. *Materials Science and Engineering A220* (1996) 93-99.
- [10] Microstructure and hardness of nanostructured Al-Fe-Cr-Ti alloys through mechanical alloying. Mahmoud Zawrah, Leon Shaw. *Materials Science and Engineering A* 355 (2003) 37-49.
- [11] Preparation of ultrafine and nanocrystalline Fe Al powders. Y.B. Pithawalla, S.C. Deevi, M.S. El-Shall. *Materials Science and Engineering A329-331*(2002) 92-98.



- [12] Deformation mechanics in a mechanically alloyed Fe-40Al alloy and the influence of recrystallizing and ageing heat treatments. C. Briguët, D.G. Morris. *Act. mater.* Vol 45, No 12. pp 4939-4951, 1997.
- [13] Processing and alloying effects on tensile and impact properties of FeAl alloys. D. J. Alexander, P. J. Maziasz, J. L. Wright. *Materials Science and Engineering A258* (1998) 276-284.
- [14] A thermomechanical process to make iron aluminide (FeAl) sheet. M. R. Hajaligol, S. C. Deevi, V. K Sikka, C.R. Scorey. *Materials Science and Engineering A 258* (1998) 249-257.
- [15] Processing of iron aluminides. R. S. Sundar, R. G. Baligidad, Y. V. R. K. Prasad, D. H. Sastry. *Materials Science and Engineering A258* (1998) 219-228.
- [16] Vacancies, vacancy aggregates and hardening in FeAl. M. A. Morris, O. George, D. G. Morris. *Materials Science and Engineering A258* (1998) 99-107.
- [17] Recent advances in B2 iron aluminide alloys: deformation, fracture and alloys design. C. T. Liu, E. P. George, P. J. Maziasz, J. H. Schneibel. *Materials Science and Engineering A258* (1998) 84-98.
- [18] Effect of wet environment on hardness and yield stress of B2 Fe-Al alloys. Hideki Hosoda, Kyosuke Yoshimi, Kanryu Inoue, Shuji Hanada. *Materials Science and Engineering A258* (1998) 135-145.
- [19] On the boron effect in FeAl (B2) intermetallic alloys. Anna Fraczekiewicz, Anne-Sophie Gay, Michael Biscondi. *Materials Science and Engineering A258* (1998) 108-114.
- [20] Characterization of nanocrystalline Fe-45 at % Al intermetallic powders obtained by controlled ball milling and the influence of annealing. R. A. Varin, J. Bystrzycki, A. Calka. *Intermetallics* 7 (1999) 917-930.
- [21] Microstructure and hardness of a nanostructured Fe-40Al at % alloyd. X. Amils, J. Nogués, S. Suriñach, J. S. Muñoz, L. Lutterotti and M. D. Baró. *NanoStructured Materials*, Vol. 12, pp. 801-806. 1999.
- [22] Comparative analysis of mechanism and kinetics of mechanical alloying in Fe-Al and Fe-Si systems. E.P. Yelsukov, A.L. Ulyanov, G.A. Dorofeev. *Acta Materialia* 52 (2004) 4251-4257
- [23] Materiales alternativos de las superaleaciones: compuestos intermetálicos. P. Adeva. *Acta científica y tecnológica* nº 1 año 1999.



Bibliografía complementaria

- [24] ASM Handbook. Vol 3 Alloy Phase Diagrams.
- [25] Conocimiento ensayo y tratamiento de los materiales. J.M. Lasheras. Ed. CEDEL.
- [26] La pulvimetalurgia. C. Monclús. Ed. CEDEL.
- [27] Metalurgia Mecánica. George E. Dieter, Jr. Ed. Agilar.
- [28] Principios de Metalurgia Física. Compañía Editorial Continental S.A.
- [29] Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales. William F. Smith. Ed. Mc Graw Hill.
- [30] Tecnología de materiales. A. Herrero, J.M. Cabrera, A. Mateo.



ANEXOS

